

### **Rußgefüllte alterungsbeständige Wickelfolie aus Polyolefin**

Die vorliegende Erfindung betrifft eine rußgefüllte alterungsbeständige Wickelfolie aus Polyolefin, insbesondere eine halogenfreie und flammwidrige Ausführungsform aus Polypropylencopolymer, die optional mit einer haftklebrigen Beschichtung versehen ist, welche zum Beispiel zum Umwickeln von Lüftungsleitungen in Klimaanlage, Drähten oder Kabeln eingesetzt wird und die insbesondere für Kabelbäume in Fahrzeugen oder Feldspulen für Bildröhren geeignet ist. Die Wickelfolie dient dabei zum Bündeln, Isolieren, Markieren, Abdichten oder Schützen. Des Weiteren umfasst die Erfindung Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Folie. Die Wickelfolie zeichnet sich durch die Verwendung spezieller neutraler Ruße aus.

Kabelwickelbänder und Isolierbänder bestehen üblicherweise aus weichgemachter PVC-Folie mit einer einseitigen Haftkleberbeschichtung. Es besteht verstärkt der Wunsch, Nachteile dieser Produkte zu beseitigen. Entsprechende Nachteile beinhalten Ausdampfung von Weichmacher und hoher Halogengehalt. Alternativprodukte aus Polyolefin weisen eine beschränkte Alterungsstabilität auf. Zudem erweichen sie schon bei niedrigen Temperaturen, davon ausgenommen sind Polypropylen und seine Copolymere, leider weisen diese gegen über den leicht schmelzenden Polyolefinen wie PE oder EVA eine besonders schlechte Alterungsstabilität auf. Will man so ein solches Wickelband durch entsprechende Zusätze flammfest einstellen, nimmt die Alterungsstabilität weiter ab. Meistens sind solche Bänder mit Furnaceruß schwarz eingefärbt. Es stellt sich heraus, dass diese Einfärbung ungünstig für das Alterungsverhalten ist.

Die Weichmacher konventioneller Isolierbänder und Kabelwickelbänder dampfen allmählich aus, was zu einer Gesundheitsbelastung führt, insbesondere ist das üblicherweise verwendete DOP bedenklich. Weiterhin schlagen sich die Dämpfe in Kraftfahrzeugen an den Scheiben nieder, was die Sicht (und damit erheblich die Fahrsicherheit) verschlechtert und vom Fachmann als Fogging (DIN 75201) bezeichnet wird. Bei noch stärkerer Verdampfung durch höhere Temperaturen, zum Beispiel im Motorinnenraum von Fahrzeugen oder bei Isolierbändern in elektrischen Geräten, versprödet die Wickelfolie durch den entstehenden Weichmacherverlust.

- 5 Weichmacher verschlechtern das Brandverhalten des reinen PVCs, was durch Zugabe von Antimonverbindungen, die toxisch sehr bedenklich sind, oder durch Verwendung chlor- oder phosphorhaltiger Weichmacher teilweise kompensiert wird.

- 15 Vor dem Hintergrund der Diskussion um Verbrennung von Kunststoffabfällen, zum Beispiel Shredderabfall aus dem Fahrzeugrecycling, besteht der Trend zur Reduktion des Halogengehaltes und damit der Dioxinentstehung. Daher werden bei den Kabelisolierungen die Wandstärken und bei den zum Umwickeln verwendeten Bändern die Dicken der PVC-Folie reduziert. Die übliche Dicke der PVC-Folien für Wickelbänder beträgt 85 bis 200 µm. Unterhalb von 85 µm treten erhebliche Probleme im Kalandersprozess auf, so dass solche Produkte mit vermindertem PVC-Gehalt kaum verfügbar sind. Diese üblichen Wickelbänder enthalten Stabilisatoren auf Basis giftiger Schwermetalle, zumeist Blei, seltener Cadmium oder Barium.

- 25 Es gibt Bemühungen, statt Weich-PVC-Folie Gewebe oder Vliese zu verwenden, die daraus resultierenden Produkte werden aber in der Praxis nur wenig eingesetzt, da sie relativ teuer sind und sich in der Handhabung (zum Beispiel Handeinreißbarkeit, elastisches Rückstellvermögen) und unter Nutzungsbedingungen (zum Beispiel Beständigkeit gegen Betriebsflüssigkeiten, elektrische Eigenschaften) stark von den gewohnten Produkten unterscheiden, wobei im folgenden ausgeführt der Dicke eine besondere Bedeutung zukommt.

30 In DE 200 22 272 U1, EP 1 123 958 A1 und WO 99/61541 A1 sind Wickelklebebänder aus einem gewebe- oder vliesartigem Trägermaterial beschrieben. Diese Materialien zeichnen sich durch eine sehr hohe Reißfestigkeit aus. Daraus resultiert jedoch der

Nachteil, dass diese Klebebänder bei der Verarbeitung nicht ohne Zuhilfenahme von Scheren oder Messern von Hand abgerissen werden können.

- Die Dehnbarkeit und Flexibilität sind zwei der Hauptanforderungen an die Wickelklebebänder, um faltenfreie und biegsame Kabelbäume herstellen zu können. Des weiteren
- 5 erfüllen diese Materialien nicht die einschlägigen Brandschutznormen wie FMVSS 302. Verbesserte Brandeigenschaften können nur unter Verwendung von halogenhaltigen Flammenschutzmitteln oder Polymeren wie in US 4,992,331 A1 beschrieben realisiert werden.
- 10 Im modernen Fahrzeugbau werden die Kabelbäume einerseits durch die Vielzahl der elektrischen Verbraucher und dem vermehrten Informationstransfer innerhalb der Fahrzeuge immer dicker und steifer, während andererseits der Verbauplatz immer stärker reduziert und somit die Montage (Durchführung beim Verlegen in der Karosserie) problematischer wird. Dadurch ist ein dünnes Folientape vorteilhaft. Des Weiteren wird für
- 15 eine effiziente und kostengünstige Kabelbaumherstellung von den Kabelwickelbändern eine leichte und schnelle Verarbeitbarkeit erwartet.

- Für textile Wickelbänder gibt es eine Zahl von Patenten, die Produkte weisen aber alle bestimmt Nachteile wie hohe Dicke und geringe Spannungsbeständigkeit auf. Die DE-G
- 20 94 01 037 beschreibt ein Klebeband mit einem bandförmigen, textilen Träger, der aus einem Nähvlies besteht, das seinerseits aus einer Vielzahl parallel zueinander laufender, eingenähter Nähte gebildet wird. Das hier vorgeschlagene Vlies soll bei einem Flächen-  
gewicht von 50 bis 200 g/m<sup>2</sup> eine Dicke von 150 bis 400 µm aufweisen. Ein weiterer  
Nachteil von Textilklebebändern ist die geringe Durchschlagsspannung von ca. 1 kV, weil
- 25 nur die Klebstoffschicht isoliert. Folienbänder hingegen liegen über 5 kV, sie sind gut spannungsbeständig.

- In DE 100 02 180 A1, JP 10 149 725 A1, JP 09 208 906 A1 und JP 05 017 727 A1 wird der Einsatz von halogenfreien thermoplastischen Polyester-Trägerfolien beschrieben. In
- 30 JP 07 150 126 A1 wird eine flammwidrige Wickelfolie aus einer Polyester-Trägerfolie beschrieben, welche ein bromiertes Flammenschutzmittel enthält. Der schwerwiegendste Nachteil von Polyester ist jedoch die erhebliche Hydrolyseempfindlichkeit, so dass ein Einsatz aus Sicherheitsgründen in Automobilen nicht in Frage kommt.

In der Patentliteratur werden auch Wickelbänder aus Polyolefinen beschrieben. Diese sind jedoch leicht entflammbar oder enthalten halogenhaltige Flammschutzmittel. Darüber hinaus weisen die aus Ethylencopolymeren hergestellten Materialien einen zu geringen Erweichungspunkt auf (sie schmelzen in der Regel schon bei dem Versuch,  
5 eine Wärmealterungsbeständigkeit zu prüfen), und im Fall der Verwendung von üblichen Polypropylenpolymeren ist das Material zu unflexibel. In den Fällen, in denen eine Einfärbung beschrieben wurde, handelt es sich um Furnaceruß.

In der WO 00/71634 A1 wird ein Wickelklebeband beschrieben, dessen Folie aus einem  
10 Ethylen-Copolymer als Basismaterial besteht. Die Trägerfolie enthält das halogenhaltige Flammschutzmittel Decabromdiphenyloxid. Die Folie erweicht unterhalb einer Temperatur von 95 °C, die normale Nutzungstemperatur liegt aber oft oberhalb von 100 °C oder kurzzeitig sogar über 130 °C, was bei der Verwendung im Motorinnenraum keine Seltenheit ist. Die Einfärbung erfolgt mit 3 % Furnaceruß-Masterbatch entsprechend 1 Gew.-%  
15 reinem Russ.

In der WO 97/05206 A1 wird ein halogenfreies Wickelklebeband beschrieben, dessen Trägerfolie aus einem Polymerblend aus Polyethylen niederer Dichte und einem Ethylen/Vinylacetat- oder Ethylen/Acrylat-Copolymer besteht. Als Flammschutzmittel werden  
20 20 bis 50 Gew.-% Aluminiumhydroxid oder Ammoniumpolyphosphat verwendet. Ein erheblicher Nachteil der Trägerfolie ist wiederum die geringe Erweichungstemperatur. Um dem entgegen zu wirken, wird die Verwendung von Silan-Vernetzung beschrieben. Diese Vernetzungsmethode führt aber nur zu sehr ungleichmäßig vernetztem Material, so dass sich in der Praxis kein stabiler Produktionsprozess beziehungsweise gleichmäßige  
25 Qualität des Produktes realisieren lässt. Die Einfärbung erfolgt mit 2 beziehungsweise 3,75 % eines nicht näher beschriebenen Masterbatches (letzteres vermutlich 40 %ig entsprechend 2 phr Ruß).

Analoge Probleme der mangelnden Wärmeformbeständigkeit treten bei den in WO  
30 99/35202 A1 und US 5,498,476 A1 beschriebenen Elektroklebebändern auf. Als Trägerfolienmaterial wird ein Blend aus EPDM und EVA in Kombination mit Ethylendiaminphosphat als Flammschutzmittel beschrieben. Dieses weist wie auch Ammoniumpolyphosphat eine hohe Hydrolyseempfindlichkeit auf. In Kombination mit EVA tritt zudem eine Versprödung bei Alterung auf. Die Anwendung auf üblichen Kabeln aus Polyolefin  
35 und Aluminium- oder Magnesiumhydroxid führt zu schlechter Verträglichkeit. Darüber

hinaus ist das Brandverhalten solcher Kabelbäume schlecht, da diese Metallhydroxide mit Phosphorverbindungen wie unten ausgeführt antagonistisch wirken. Die beschriebenen Isolierbänder sind für Kabelbaumwickelbänder zu dick und zu steif. Eine Einfärbung wird in der WO 99/35202 A1 und US 5,498,476 A1 nicht erwähnt.

5

Versuche, das Dilemma aus zu niedriger Erweichungstemperatur, Flexibilität und Halogenfreiheit zu lösen, beschreiben nachfolgende Patente.

10 Die EP 0 953 599 A1 beansprucht eine Polymermischung aus LLDPE und EVA für Anwendungen als Kabelisolierungen und als Folienmaterial. Als Flammenschutzmittel wird eine Kombination aus Magnesiumhydroxid mit spezieller Oberfläche und rotem Phosphor beschrieben, die Erweichung bei relativ niedriger Temperatur wird jedoch in Kauf genommen. Zur Einfärbung werden 4 phr Furnaceruß verwendet.

15 Eine sehr ähnliche Kombination wird in EP 1 097 976 A1 beschrieben. Hier wird allerdings zur Verbesserung der Wärmeformbeständigkeit anstatt dem LLDPE ein PP-Polymer verwendet, welches eine höhere Erweichungstemperatur hat. Nachteil ist jedoch die daraus resultierende geringe Flexibilität. Für die Abmischung mit EVA oder EEA wird behauptet, dass die Folie eine hinreichende Flexibilität aufweist. Dem Fachmann ist  
20 jedoch aus der Literatur bekannt, dass diese Polymere zur Verbesserung des Flamm-schutzes mit Polypropylen abgemischt werden. Die beschriebenen Produkte weisen eine Foliendicke von 0,2 mm auf, allein diese Dicke schließt bei gefüllten Polyolefinfolien eine Flexibilität aus, da diese in der 3. Potenz von der Dicke abhängt. Das beschriebene Ver-fahren der Extrusion ist bei den extrem niedrigen Schmelzindices der verwendeten Poly-  
25 olefine, wie dem Fachmann bekannt, auf einer Produktionsanlage kaum durchführbar, erst recht nicht für eine praxisgerechte dünne Folie und erst recht nicht bei Verwendung in Kombination mit hohen Mengen an Füllstoff, daher liegt der Gehalt an Flammschutz-mittel Magnesiumhydroxid auch nur bei 50 bis 100 phr. Zur Einfärbung werden 2 phr eines Masterbatches von Furnaceruß (entspricht 1,2 phr Ruß) verwendet.

30

Beide Lösungsansätze bauen auf die bekannte synergistische Flammschutzwirkung des roten Phosphors mit Magnesiumhydroxid. Die Verwendung von elementarem Phosphor birgt jedoch erhebliche Nachteile und Gefahren. Bei der Verarbeitung wird übelriechendes und hochgiftiges Phosphin freigesetzt. Ein weiterer Nachteil ergibt sich aus dem Ent-

stehen von sehr dichtem weißen Rauch im Brandfall. Darüber hinaus sind nur dunkle Produkte herstellbar.

5 Die WO 03/070848 A1 beschreibt einem reaktiven Polypropylen und 40 phr Magnesiumhydroxid. Diese Zusatzmenge reicht zu einer wesentlichen Verbesserung des Brandverhaltens nicht aus. Die Verwendung von Ruß wird nicht beschrieben.

10 Die DE 203 06 801 U beschreibt ein Wickelband aus Polyurethan, eine solches Produkt ist für die üblichen oben beschriebenen Anwendungen viel zu teuer. Die Verwendung von Ruß wird nicht beschrieben.

15 Die genannten Patentschriften zum Stand der Technik führen trotz der genannten Nachteile keine Folien auf, die auch noch die weiteren Anforderungen wie Handeinreißbarkeit, Wärmebeständigkeit, Kompatibilität mit Polyolefinkabelisolierung oder hinreichender Abrollkraft lösen. Darüber hinaus bleiben die Verarbeitbarkeit in Folienherstellungsprozessen, hoher Fogging-Wert und die Durchschlagsspannungsfestigkeit fraglich.

20 Die Aufgabe bleibt daher das Auffinden einer Lösung für eine alterungsstabile Wickelfolie, welche die Vorteile der Alterungsbeständigkeit, Flammwidrigkeit, Abriebfestigkeit, Spannungsbeständigkeit und den mechanischen Eigenschaften (wie Elastizität, Flexibilität, Handeinreißbarkeit) von PVC-Wickelbändern mit der Halogenfreiheit von textilen Wickelbändern verbindet und insbesondere eine überlegene Wärmealterungsbeständigkeit aufweist, wobei eine großtechnische Produzierbarkeit der Folie sichergestellt sein muss und eine hohe Durchschlagsspannungsfestigkeit und ein hoher Fogging-Wert bei  
25 einigen Anwendungen notwendig ist.

Aufgabe der Erfindung ist es weiterhin, weiche alterungsstabile Wickelfolien zur Verfügung zu stellen, insbesondere in halogenfreier flammwidrige Ausführung, welche ein besonders sicheres und schnelles Umwickeln, insbesondere von Drähten und Kabeln,  
30 zum Markieren, Schützen, Isolieren, Abdichten oder Bündeln ermöglichen, wobei die Nachteile des Standes der Technik nicht oder zumindest nicht in dem Umfang auftreten. Im Zuge der immer komplizierter werdenden Elektronik und der steigenden Zahl von elektrischen Verbrauchern in den Automobilen werden auch die Leitungssätze immer komplexer. Bei steigenden Querschnitten der Kabelbäume wird die induktive Erhitzung  
35 immer größer während die Wärmeableitung abnimmt. Dadurch steigen die Anforderun-

gen an die Wärmebeständigkeit der verwendeten Materialien. Die standardmäßig verwendeten PVC-Materialien für die Wickelklebebänder stoßen hier an ihre Grenzen. Es besteht daher auch die Aufgabe, Polyolefine mit Additivkombinationen zu finden, welche die Wärmebeständigkeit von PVC nicht nur erreichen, sondern sogar übertreffen.

5

Gelöst wird diese Aufgabe durch eine Wickelfolie, wie sie im Hauptanspruch niedergelegt ist. Gegenstand der Unteransprüche sind vorteilhafte Weiterbildungen der erfindungsgemäßen Wickelfolie sowie die Verwendung der Wickelfolie in einem rußgefüllten, alterungsbeständigen und weichen Klebeband, weitere Anwendungen derselben sowie Verfahren zur Herstellung der Wickelfolie.

10

Die im Folgenden gemachten Angaben in phr bedeuten Gewichtsteile der betreffenden Komponente bezogen auf 100 Gewichtsteile aller Polymerkomponenten der Folie. Bei einer Wickelfolie mit Beschichtung (zum Beispiel mit Klebstoff) werden nur die

15

Demgemäss betrifft die Erfindung eine rußgefüllte alterungsbeständige weiche Wickelfolie aus Polyolefin, insbesondere eine halogenfreie und flammwidrige Ausführungsform aus Polypropylencopolymer, wobei die Wickelfolie einen Ruß mit einem pH-Wert von 6 bis 8 enthält.

20

In einer ersten bevorzugten Ausführungsform ist die Wickelfolie mit einer haftklebrigen Beschichtung versehen. Viele der konventionellen PVC-Wickelbänder sind schwarz gefärbt. Hierzu bedient man sich eines Standardrußes, welches in der Regel aus dem Furnaceprozess stammt. Solche Ruße sind stark basisch, was die Alterungsstabilität von PVC nicht nachteilig beeinflusst. Überträgt man eine solche Einfärbung auf Polyolefinfolien, stellt sich jedoch eine Abhängigkeit der Alterungsstabilität von der Rußqualität heraus. Dies gilt insbesondere für flammgeschützte Folien, da der Anteil an Schwarzpigment auf 1 bis 2 phr angehoben werden muss, um die helle Farbe von Flammenschutzmitteln wie Magnesiumhydroxid zu überdecken. In der bevorzugten Ausführungsform liegt der Anteil Ruß vorzugsweise bei mindestens 5 phr, insbesondere bei mindestens 10 phr, da er überraschenderweise einen wesentlichen Einfluss auf das Brandverhalten zeigt. Für den Fachmann überraschend lassen sich an der Folienanlage auch ungewöhnlich

25

30

35

hohe Mengen in Form eines Rußmasterbatches problemlos zugeben, das heißt nicht nur 1 bis 2, sondern sogar 15 bis 30 phr. In der bevorzugten Ausführungsform mit mindestens 5 phr vorzugsweise mindestens 10 phr Russ macht sich der Einfluss der Rußqualität zwangsläufig stärker bemerkbar als bei den üblichen Mengen von 0,5 bis 2 phr.

5

Der erfindungsgemäß verwendete Ruß ist in der Nähe von pH 7 (neutral) und weist einen pH-Wert von 6 bis 8 auf. Daher kommen vorwiegend Thermalruß, Acetylenruß und Flammruß in Frage. Bevorzugt wird Flammruß. Die pH-Werte von Flammruß liegen üblicherweise bei 7 bis 8, von Thermalruß 7 bis 9 und von Acetylenruß bei 5 bis 8. Furnace-  
10 ruße liegen üblicherweise bei 9 bis 11 und sind daher zu basisch. Oxidierte Gasruße liegen üblicherweise bei 2,5 bis 6 und sind daher zu sauer.

Die Thermoalterungsstabilität liegt überraschenderweise höher, wenn die Zugabe des Rußes (zum Beispiel in Form eines Masterbatches) erst nach dem Mischen des Poly-  
15 olefins mit den Alterungsschutzmitteln (Antioxidantien) erfolgt. Dieser Vorteil kann genutzt werden, indem zuerst Polymer, Alterungsschutzmittel und Füllstoff miteinander compoundiert werden und der Russ erst einem Extruder der Anlage zur Folienherstellung (Kalandrier- oder Extruder) als Masterbatch zugegeben wird. Als Zusatznutzen ergibt sich,  
20 dass bei Produktwechsel am Compounder (Stempelknetzer oder Extruder wie Zweischnellenextruder oder Planetwalzenextruder) keine aufwendige Reinigung von Rußrückständen erforderlich ist.

Zur Erreichung einer guten Alterungsstabilität spielt auch die Verwendung der richtigen Alterungsschutzmittel eine Rolle. Dabei ist auch die Gesamtmenge an Alterungsschutz-  
25 mittel zu berücksichtigen, da bei bisherigen Versuchen zur Herstellung solcher Wickelbänder keine oder nur unter 0,3 phr Alterungsschutzmittel verwendet werden, wie es auch bei Herstellung sonstiger Folien üblich ist. Insbesondere werden auch keine sekundären Antioxidantien mitverwendet.

30 Die erfindungsgemäßen Wickelbänder enthalten in der bevorzugten Ausführungsform mindestens 4 phr primäres Antioxidant oder vorzugsweise mindestens 0,3 phr, insbesondere mindestens 1 phr einer Kombination aus primären und sekundären Antioxidant, wobei die primäre und sekundäre Antioxidantfunktion auch in einem Molekül vereinigt sein können. Bei diesen Mengenangaben sind optionale Stabilisatoren wie Metalldeakti-  
35 vatoren oder Lichtschutzmittel nicht eingerechnet.



Die Menge an sekundärem Antioxidant beträgt bevorzugt mehr als 0,3 phr. Stabilisatoren für PVC-Produkte lassen sich nicht auf Polyolefine übertragen. Sekundäre Antioxidantien bauen Peroxide ab und werden daher bei Dienelastomeren als Teil von Alterungsschutzpaketen verwendet. Überraschend wurde gefunden, dass eine Kombination von primären Antioxidantien (zum Beispiel sterisch gehinderten Phenolen oder C-Radikalfängern wie CAS 181314-48-7) und sekundären Antioxidantien (zum Beispiel Schwefelverbindungen, Phosphiten oder sterisch gehinderten Aminen), wobei die beiden Funktionen auch in einem Molekül vereinigt sein können, die Aufgabe auch bei dienfreien Polyolefinen wie Polypropylen löst. Vor allem wird die Kombination von primärem Antioxidant, vorzugsweise sterisch gehinderten Phenolen mit einem Molekulargewicht von mehr als 500 g/mol (vorzugsweise > 700 g/mol), mit einem phosphitischen sekundären Antioxidant (vorzugsweise mit einem Molekulargewicht > 600 g/mol) bevorzugt. Phosphite oder eine Kombination aus primären und mehreren sekundären Alterungsschutzmitteln werden bei Wickelfolien aus Polyolefinen wie Polypropylenpolymeren bisher nicht eingesetzt. Insbesondere ist die Kombination aus einem wenig flüchtigen primären phenolischen Antioxidants und jeweils einem sekundären Antioxidants aus der Klasse der Schwefelverbindungen (bevorzugt mit einem Molekulargewicht von mehr als 400 g/mol, insbesondere > 500 g/mol) und aus der Klasse der Phosphite geeignet, wobei die phenolische, die schwefelhaltige und die phosphitische Funktion nicht in drei verschiedenen Molekülen vorliegen müssen, sondern auch mehr als eine Funktion in einem Molekül vereinigt sein kann.

#### Beispiele:

25

- Phenolische Funktion:

CAS 6683-19-8, 2082-79-3, 1709-70-2, 36443-68-2, 1709-70-2, 34137-09-2, 27676-62-6, 40601-76-1, 31851-03-3, 991-84-4

- Schwefelhaltige Funktion:

CAS 693-36-7, 123-28-4, 16545-54-3, 2500-88-1, 16545-34-3, 29598-76-3

- Phosphitische Funktion:

CAS 31570-04-4, 26741-53-7, 80693-00-1, 140221-14-3, 119345-01-6, 3806-34-6, 80410-33-9, 14650-60-8, 161717-32-4

- Phenolische und schwefelhaltige Funktion:

CAS 41484-35-9, 90-66-4, 110553-27-0, 96-96-5, 41484

- 5     • Phenolische und aminische Funktion:

CAS 991-84-4, 633843-89-0

- Aminische Funktion:

CAS 52829-07-9, 411556-26-7, 129757-67-1, 71878-19-8, 65447-77-0

10

Die Kombination von CAS 6683-19-8 (zum Beispiel Irganox 1010) mit Thiopropionsäure-  
ester CAS 693-36-7 (Irganox PS 802) oder 123-28-4 (Irganox PS 800) mit CAS 31570-  
04-4 (Irgafos 168) ist besonders bevorzugt. Bevorzugt ist eine Kombination, bei welcher  
15     der Anteil an sekundärem Antioxidant den des primären übersteigt. Zusätzlich können  
noch Metalldesaktivatoren zur Komplexierung von Schwermetallspuren, welche die Alte-  
rung katalytisch beschleunigen können, zugefügt werden. Beispiele sind CAS 32687-78-  
8, 70331-94-1, 6629-10-3, Ethylendiamintetraessigsäure, N,N'-di-salicyliden-1,2-diamino-  
propan, 3-(N-salicylol)-amino-1,2,4-triazol (Palmarole ADK STAB CDA-1), N,N'-bis[3-  
20     (3',5'-di-tert-butyl-4'-hydroxyphenyl)propionyl]hydrazid (Palmarole MDA.P.10) oder 2,2'-  
oxamido-bis-[ethyl-3-(tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat] (Palmarole MDA.P.11.).

Bei Verwendung von mehr als ca. 0,5 phr eines Thiopropionsäureesters kann dieses an  
die Oberfläche migrieren, was bei schwarzen Folien besonders unangenehm sichtbar  
25     wird. Das Problem lässt sich überraschenderweise dadurch lösen, dass verschiedene  
Thiopropionsäureester so miteinander kombiniert werden, dass für jeden Thiopropion-  
säureester die Löslichkeitsgrenze nicht überschritten wird. Daher wird eine Kombination  
aus mehreren Thiopropionsäureestern bevorzugt. Am einfachsten geschieht dies durch  
eine Variation der Alkylketten.

30

Die Auswahl der genannten Alterungsschutzmittel hat besondere Bedeutung für die  
erfindungsgemäße Wickelfolie, da mit phenolischen Antioxidantien allein oder selbst in  
Kombination mit schwefelhaltigen Costabilisatoren in der Regel keine praxisgerechten  
Produkte erreicht werden können. Bei der Kalanderverarbeitung, bei der auf den Walzen  
35     ein relativ lang andauernder Zutritt von Luftsauerstoff unvermeidlich ist, stellt sich die Mit-

verwendung von Phosphitstabilisatoren als praktisch unumgänglich für eine ausreichende Wärmealterungsstabilität des Produktes heraus. Selbst bei Extrusionsverarbeitung macht sich der Zusatz von Phosphiten bei der Alterungsprüfung des Produktes noch positiv bemerkbar. Für den Phosphitstabilisator wird eine Menge von mindestens 0,1, vorzugsweise mindestens 0,3 phr bevorzugt. Insbesondere bei der Verwendung von natürlichen Magnesiumhydroxiden wie Brucit können sich durch wanderungsfähige Metallverunreinigungen wie Eisen, Mangan, Chrom oder Kupfer Alterungsprobleme ergeben, die nur durch oben genannte Erkenntnisse der richtigen Kombination und Menge an Alterungsschutzmitteln vermieden werden. Gemahlenes Brucit weist, wie oben ausgeführt, eine Reihe von technischen Vorteilen gegenüber gefälltem Magnesiumhydroxid auf, so dass die Kombination mit Antioxidantien wie beschrieben besonders sinnvoll ist. Für Anwendungen mit hoher Temperaturbelastung (zum Beispiel als Kabelwickelfolie im Motorraum von Kraftfahrzeugen oder als Isolierwicklung von Magnetspulen in Fernseh- oder PC-Bildschirmen) wird eine Ausführungsform bevorzugt, die neben den Antioxidantien zusätzlich einen Metalldesaktivator beinhaltet.

Die Dicke der erfindungsgemäßen Folie liegt im Bereich von 30 bis 180 µm, bevorzugt 50 bis 150 µm, insbesondere 55 bis 100 µm. Die Oberfläche kann strukturiert oder glatt sein. Vorzugsweise ist die Oberfläche leicht matt eingestellt. Dies kann durch Verwendung eines Füllstoffs mit einer hinreichend hohen Teilchengröße oder durch eine Walze (zum Beispiel Prägewalze am Kalandar oder mattierte Chill Roll oder Prägewalze bei der Extrusion) erreicht werden.

In bevorzugter Ausführung ist die Folie ein- oder beidseitig mit einer haftklebrigen Schicht ausgerüstet, um die Anwendung einfach zu gestalten, so dass eine Fixierung der Wickelfolie am Ende des Wickelvorgangs entfällt.

Die erfindungsgemäße Wickelfolie ist im Wesentlichen frei von flüchtigen Weichmachern wie zum Beispiel DOP oder TOTM und hat daher ein ausgezeichnetes Brandverhalten und geringe Emission (Weichmacherausdampfung, Fogging).

Für den Fachmann überraschend und nicht vorhersehbar ist eine solche Wickelfolie aus Polyolefin und speziellem Ruß insbesondere auch mit flammhemmenden Füllstoffen wie Magnesiumhydroxid herstellbar. Erstaunlicherweise ist auch die thermische Alterungs-

beständigkeit im Vergleich zu PVC als Hochleistungswerkstoff nicht schlechter, sondern vergleichbar oder sogar besser.

Die erfindungsgemäße Wickelfolie weist in Längsrichtung eine Kraft bei 1 %-Dehnung von  
5 0,6 bis 4 N/cm auf, vorzugsweise von 1 bis 3 N/cm, und bei 100 %-Dehnung eine Kraft von 2 bis 20 N/cm, vorzugsweise von 3 bis 10 N/cm.

Insbesondere ist die Kraft bei 1 %-Dehnung größer gleich 1 N/cm und die Kraft bei 100 %  
10 Dehnung kleiner oder gleich 15 N/cm. Die 1 %-Kraft ist ein Maß für die Steifigkeit der Folie, und die 100 %-Kraft ist ein Maß für die Anschmiegsamkeit beim Wickeln bei starker Deformation durch hohe Wickelspannung. Die 100 %-Kraft darf aber auch nicht zu niedrig liegen, weil sonst die Reißfestigkeit zu gering ist.

Zur Erreichung dieser Kraftwerte enthält die Wickelfolie vorzugsweise mindestens ein  
15 Polyolefin mit einem Biegemodul von weniger als 900 MPa, bevorzugt 500 MPa oder weniger und insbesondere von 80 MPa oder weniger. Das Polyolefin kann ein weiches Ethylenhomopolymer oder Ethylen- oder Propylencopolymer sein. Bevorzugt wird ein Propylencopolymer.

Der bevorzugte Schmelzindex liegt für die Kalanderverarbeitung unter 5 g/10 min, vor-  
20 zugsweise unter 1 g/10 min und insbesondere unter 0,7 g/10 min. Für die Extrusionsverarbeitung liegt der bevorzugte Schmelzindex zwischen 1 und 20 g/10 min, insbesondere zwischen 5 und 15 g/10 min.

Der Kristallitschmelzpunkt des Polyolefins liegt zwischen 120 °C und 166 °C, bevorzugt  
25 unter 148 °C, besonders vorzugsweise unter 145 °C.

Der kristalline Bereich des Copolymers ist vorzugsweise ein Polypropylen mit Random-  
struktur, insbesondere mit einem Gehalt von 6 bis 10 Mol-% Ethylen. Ein (zum Beispiel  
30 mit Ethylen) modifiziertes Polypropylenrandomcopolymer weist je nach Blocklänge des Polypropylens und Comonomergehalt der amorphen Phase einen Kristallitschmelzpunkt zwischen 120 °C und 145 °C auf (das ist der Bereich für kommerzielle Produkte). Ein Polypropylenhomopolymer liegt je nach Molekulargewicht und Taktizität zwischen 163 °C bis 166 °C. Hat das Homopolymer ein niedriges Molekulargewicht und ist es mit EP-  
35 Kautschuk (zum Beispiel Pfpfung, Reaktorblend) modifiziert, so führt die Schmelz-

punktserniedrigung zu einem Kristallitschmelzpunkt im Bereich von etwa 148 °C bis 163 °C. Für das erfindungsgemäße Polypropylencopolymer liegt daher der bevorzugte Kristallitschmelzpunkt unter 145 °C und wird am besten mit einem Comonomer-modifizierten Polypropylen mit Randomstruktur in der kristallinen Phase und copolymerer amorpher Phase erreicht.

Solche Copolymere weisen einen Zusammenhang zwischen dem Comonomergehalt sowohl in der kristallinen und als auch in der amorphen Phase, dem Biegemodul und dem 1 %-Spannungswert der daraus hergestellten Wickelfolie auf. Ein hoher Comonomergehalt in der amorphen Phase ermöglicht einen besonders niedrigen 1 %-Kraftwert. Überraschenderweise hat ein Gehalt an Comonomer in der auch in der harten kristallinen Phase einen positiven Einfluss auf die Flexibilität der gefüllten Folie.

Der Kristallitschmelzpunkt sollte aber nicht unter 120 °C liegen, wie es bei EPM und EPDM der Fall ist, weil bei Anwendungen auf Lüftungsrohren, Bildschirmspulen oder Fahrzeugkabeln die Gefahr des Schmelzens besteht. Wickelfolien aus Ethylen-Propylen-Copolymeren aus den Klassen der EPM und EPDM sind daher nicht erfindungsgemäß, was aber nicht ausschließt, dass solche Polymere zur Feinstellung der mechanischen Eigenschaften neben dem erfindungsgemäß bevorzugten Polypropylenpolymer verwendet werden.

Dem/den Monomer(en) des Polyolefins werden keine Beschränkungen auferlegt, bevorzugt werden jedoch  $\alpha$ -Olefine wie Ethylen, Propylen, Butylen-(1), Isobutylen, 4-Methyl-1-penten, Hexen oder Octen verwendet. Copolymere mit drei oder mehr Comonomeren sind im Sinn dieser Erfindung eingeschlossen. Es werden als Monomere für das Polypropylencopolymer Propylen und Ethylen besonders bevorzugt. Das Polymer kann weiterhin durch Pfropfung, zum Beispiel mit Maleinsäureanhydrid oder Acrylatmonomeren, zum Beispiel zur Verbesserung des Verarbeitungsverhaltens oder der mechanischen Eigenschaften modifiziert sein. Unter Polypropylencopolymer werden nicht nur Copolymere im strengen Sinne der Polymerphysik wie zum Beispiel Blockcopolymere verstanden, sondern auch handelsübliche thermoplastische PP-Elastomere mit unterschiedlichsten Strukturen oder Eigenschaften. Solche Materialien können beispielsweise aus PP-Homo- oder Randomcopolymeren als Vorstufe durch weitere Umsetzung mit Ethylen und Propylen in der Gasphase im gleichen Reaktor oder in nachfolgenden Reaktoren hergestellt

werden. Beim Einsatz von Randomcopolymer als Ausgangsmaterial ist die Monomerenverteilung von Ethylen und Propylen in der sich bildenden EP-Kautschukphase gleichmäßiger, was zu besseren mechanischen Eigenschaften führt. Dies ist ein weiterer Grund, warum für die erfindungsgemäße Wickelfolie ein Polymer mit kristalliner Randomcopolymerphase bevorzugt wird. Für die Herstellung können gängige Verfahren angewendet werden, als Beispiele seien der Gasphasen-, Cataloy-, Spheripol-, Novolen-, und der Hypol-Prozess genannt, welche in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 6. Aufl., Wiley-VCH 2002 beschrieben sind.

- 10 Geeignete Abmischkomponenten sind zum Beispiel weiche Ethylencopolymere wie LDPE, LLDPE, Metallocen-PE, EPM oder EPDM mit einer Dichte von 0,86 bis 0,92 g/cm<sup>3</sup> vorzugsweise von 0,86 bis 0,88 g/cm<sup>3</sup>. Auch weiche hydrierte Random- oder Blockcopolymere aus Ethylen oder (gegebenenfalls substituiertem) Styrol und Butadien oder Isopren sind geeignet die Flexibilität, die Kraft bei 1 %-Dehnung und insbesondere die
- 15 Form der Kraft-Dehnungs-Kurve der Wickelfolie in den optimalen Bereich zu bringen. Wird neben dem erfindungsgemäßen Polypropylencopolymer ein weiteres ethylen- oder propylenhaltiges Copolymer eingesetzt hat dieses vorzugsweise einen spezifizierten Schmelzindex im Bereich von  $\pm 50$  % des Schmelzindex des Polypropylencopolymers. Dabei bleibt unberücksichtigt, dass der Schmelzindex ethylenhaltiger Copolymere in der
- 20 Regel für 190 °C und nicht wie bei Polypropylen für 230 °C spezifiziert ist.

- Durch Verwendung von Ethylencopolymeren mit carbonylgruppenhaltigen Monomeren wie Ethylenacrylat (zum Beispiel EMA, EBA, EEA, EAA) oder Ethylenvinylacetat kann, wie dem Fachmann geläufig ist, das Brandverhalten von PP-Polymeren verbessert werden. Dies gilt auch für die erfindungsgemäße Wickelfolie mit einem Polymer mit den hier
- 25 speziell geforderten Eigenschaften. Darüber hinaus wird festgestellt und beansprucht, dass auch Polyethylenvinylalkohol und olefinfreie stickstoff- oder sauerstoffhaltige Polymere als Synergisten geeignet sind, zum Beispiel in Form von Polyvinylalkohol; Polyamiden und Polyestern mit hinreichend niedrigem Erweichungspunkt (passend zur Verarbeitungstemperatur von Polypropylen), Polyvinylacetat, Polyvinylbutyral, Vinylacetat-vinylalkoholcopolymer und Poly(meth)acrylate. Diese stark polaren Materialien gelten dem Fachmann als nicht mit Polypropylen verträglich, da der Löslichkeitsparameter bei
- 30 mindestens 19 J<sup>1/2</sup> / cm<sup>3/2</sup> liegt. Überraschenderweise erweist sich dies bei der erfindungsgemäßen Abmischung aus speziellem Copolymer und flammhemmenden Füllstoff als kein Problem. Bevorzugt werden Polyvinylacetat und Poly(meth)acrylate, die auch
- 35

vernetzt sein können. Diese kann auch eine Core-Shell-Struktur aufweisen, beispielsweise ein Kern aus Polyacrylaten von Alkoholen mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen und einer Hülle aus Polymethylmethacrylat. Insbesondere stellen sich Acrylat-Impact-Modifizier, welche für die Modifizierung von PVC hergestellt werden, als besonders geeignet heraus, da sie

5 schon in kleinen Mengen eine deutliche Verbesserung des Brandverhaltens bewirken, dabei die Flexibilität der Wickelfolie nicht wesentlich beeinträchtigen und trotz ihrer Polarität die Haftung der Schmelze auf Kalanders- oder Kühlwalzen nicht erhöhen.

Eine weitere Möglichkeit liegt in der Verwendung von Polyolefinen, bei denen der Sauerstoff durch Pfropfung (zum Beispiel mit Maleinsäureanhydrid oder einem (Meth)Acrylatmonomer) eingebracht wird. In einer bevorzugten Ausführungsform liegt der Anteil an Sauerstoff bezogen auf das Gesamtgewicht an allen Polymeren zwischen 0,5 und 5 phr (entspricht auch Gew.-%), insbesondere 0,8 bis 3 phr. Wird neben dem erfindungsgemäßen Polypropylencopolymer ein thermoplastisches sauerstoff- oder stickstoffhaltiges Polymer eingesetzt, hat dieses vorzugsweise einen spezifizierten Schmelzindex im Bereich von  $\pm 50$  % des Schmelzindex des Polypropylencopolymers.

10 15

Eine spezielle Ausführungsform ist eine Wickelfolie mit mindestens einer Coextrusionsschicht aus einem stickstoff- oder sauerstoffhaltigem Polymer, welche mit den hier offenbarten Flammenschutz- und Alterungsschutzmitteln oder Rußen versehen sein kann, neben

20 einer Schicht aus Polypropylencopolymer.

Als Flammenschutzmittel kommen im wesentlichen nur halogenfreie Materialien in Frage, das sind beispielsweise Füllstoffe wie Polyphosphate, Carbonate und Hydroxide des

25 Aluminiums beziehungsweise des Magnesiums, Borate, Stannate und organische Flammenschutzmittel auf Stickstoffbasis.

Bevorzugt sind

- a) Kombinationen aus Phosphaten (zum Beispiel Ammoniumpolyphosphat oder Ethylendiaminpolyphosphat) und Stickstoffverbindungen sowie vor allem
- 30 b) Hydroxide des Aluminiums und bevorzugt des Magnesiums.

Polyphosphate und Stickstoffverbindungen sind geeignet, aber zum Teil wasserempfindlich. Dies kann zu Korrosion oder Verschlechterungen der elektrischen Eigenschaften wie

35 der Durchschlagspannung führen. Wassereinfluss ist für eine Wickelfolie in der Fahrgast-

zelle nicht von Bedeutung. Im Motorraumbereich kann die Wickelfolie jedoch warm und nass werden. Beispiele für stickstoffhaltige Flammschutzmittel sind Dicyandiamid, Melamincyanurat und sterisch gehinderte Amine wie zum Beispiel die Klasse der HA(L)S. Roter Phosphor kann mitverwendet werden, vorzugsweise wird darauf verzichtet (das heißt, die Menge ist Null oder nicht flammwirksam), da die Verarbeitung gefährlich ist (Selbstentzündung von frei werdendem Phosphin beim Einmischen in das Polymer, selbst bei gecoatetem Phosphor kann noch so viel Phosphin entstehen, dass für das Bedienungspersonal eine Gesundheitsgefährdung besteht). Außerdem können bei Verwendung von rotem Phosphor keine farbigen, sondern nur schwarze und braune Produkte hergestellt werden.

Bevorzugter Füllstoff als Flammschutzmittel ist Magnesiumhydroxid, insbesondere in Kombination mit stickstoffhaltigen Flammschutzmitteln. Beispiele für stickstoffhaltige Flammschutzmittel sind Melamin, Ammelin, Melam, Melamincyanurat. Roter Phosphor wirkt literaturbekannterweise bei Verwendung von Magnesiumhydroxid ebenfalls synergistisch. Auf die Verwendung wird aber aus den zuvor genannten Gründen verzichtet. Organische und anorganische Phosphorverbindungen in Form der bekannten Flammschutzmittel wie zum Beispiel auf Basis des Triarylphosphats oder Polyphosphat-Salze wirken antagonistisch. In den bevorzugten Ausführungsformen wird daher auf gebundenen Phosphor verzichtet, soweit es sich nicht um Phosphite mit Alterungsschutzwirkung handelt. Diese sollten den Gehalt an chemisch gebundenem Phosphor von 0,5 phr nicht übersteigen.

Das Flammschutzmittel kann mit einem Coating versehen sein, wobei dieses auch beim Compoundierprozess nachträglich aufgebracht werden kann. Geeignete Coatings sind Silane wie Vinylsilan oder freier Fettsäuren (oder deren Derivate) wie Stearinsäure, Silikate, Borate, Aluminiumverbindungen, Phosphate, Titanate aber auch Chelatisierungsmittel.

Der Gehalt an freier Fettsäure oder deren Derivat liegt bevorzugt zwischen 0,3 und 1 Gew.-%.

Besonders bevorzugt sind gemahlene Magnesiumhydroxide, Beispiele sind Brucit (Magnesiumhydroxid), Kovdorskite (Magnesiumhydroxydphosphat), Hydromagnesit (Magnesiumhydroxycarbon) und Hydrotalcit (Magnesiumhydroxid mit Aluminium und Carbonat im Kristallgitter), wobei die Verwendung von Brucit besonders bevorzugt ist.



Beimengungen von Magnesiumcarbonaten wie zum Beispiel Dolomit [ $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$ ,  $M_r$  184.41], Magnesit ( $\text{MgCO}_3$ ), Huntit [ $\text{CaCO}_3 \cdot 3 \text{MgCO}_3$ ,  $M_r$  353.05] sind zulässig.

5 Für die Alterung stellt sich ein Gehalt an Calciumcarbonat (als Verbindung oder in Form eines Mischkristalls aus Calcium und Magnesium und Carbonat) sogar als vorteilhaft heraus, wobei ein Anteil von 1 bis 4 Gew.-% Calciumcarbonat als günstig angesehen wird (der analytische Calciumgehalt wird auf reines Calciumcarbonat umgerechnet). Der Gehalt an Calcium und Carbonat ist bei Brucit in vielen Lagerstätten als Verunreinigung in Form Kreide, Dolomit, Huntit oder Hydrotalcit vorhanden, kann aber auch dem Magnesiumhydroxid gezielt zugemischt werden. Die positive Wirkung beruht möglicherweise auf der Neutralisation von Säuren. Diese entstehen zum Beispiel aus Magnesiumchlorid, welches in der Regel als Katalysatorrückstand in Polyolefinen (zum Beispiel aus Spheripolprozess) anzutreffen ist. Saure Bestandteile aus der Klebstoffbeschichtung können ebenfalls in die Folie einwandern und damit die Alterung verschlechtern. Durch Zumi-

10 schung von Calciumstearat kann eine ähnliche Wirkung wie durch Calciumcarbonat erzielt werden, der Zusatz von größeren Mengen verringert aber bei solchen Wickelbändern die Klebkraft der Klebstoffbeschichtung und insbesondere die Haftung einer solchen Klebstoffschicht auf der Wickelfolienrückseite.

20 Besonders geeignet ist Magnesiumhydroxid mit einer durchschnittlichen Teilchengröße von mehr als 2  $\mu\text{m}$  wobei der Medianwert gemeint ist ( $d_{50}$  ermittelt durch Laserlichtstreuung nach Cilas) und insbesondere größer oder gleich 4  $\mu\text{m}$ . Die spezifische Oberfläche (BET) liegt vorzugsweise unter 4  $\text{m}^2/\text{g}$  (DIN 66131/66132). Übliche nass gefällte Magnesiumhydroxide sind feinteilig, in der Regel liegt die durchschnittliche Teilchengröße bei 1

25  $\mu\text{m}$  und darunter, die spezifische Oberfläche liegt bei 5  $\text{m}^2/\text{g}$  und mehr. Die obere Grenze der Teilchengrößeverteilung  $d_{97}$  liegt vorzugsweise nicht über 20  $\mu\text{m}$ , um das Auftreten von Löchern in der Folie und Versprödung zu vermeiden. Daher ist das Magnesiumhydroxid vorzugsweise gesiebt. Ein Gehalt an Teilchen mit einem Durchmesser von 10 bis 20  $\mu\text{m}$  gibt der Folie einen angenehm aussehenden Matteffekt.

30 Die bevorzugte Teilchenform ist unregelmäßig kugelig ähnlich der von Flussskiesel. Sie wird vorzugsweise durch Mahlung erhalten. Besonders bevorzugt ist Magnesiumhydroxid, welches durch Trockenmahlung in Gegenwart einer freien Fettsäure insbesondere von Stearinsäure hergestellt wurde. Das sich bildende Fettsäurecoating verbessert

35 die mechanischen Eigenschaften von Mischungen aus Magnesiumhydroxid und Poly-

olefinen und verringert das Ausblühen von Magnesiumcarbonat. Die Verwendung eines Fettsäuresalzes (zum Beispiel Natriumstearat) ist ebenfalls möglich, hat aber den Nachteil dass die daraus hergestellte Wickelfolie bei Feuchtigkeit eine erhöhte Leitfähigkeit aufweist, was bei Anwendungen, bei den die Wickelfolie auch die Funktion eines Isolierbandes übernimmt, nachteilig ist. Bei synthetisch gefällttem Magnesiumhydroxid wird die Fettsäure wegen der Wasserlöslichkeit immer in Salzform zugegeben. Dies ist ein weiterer Grund, warum für die erfindungsgemäße Wickelfolie ein gemahlenes Magnesiumhydroxid gegenüber einem gefällten bevorzugt wird.

10 Weniger geeignet ist Magnesiumhydroxid in Plättchenform. Dies gilt für regelmäßige (zum Beispiel Hexaeder) und unregelmäßige Plättchen.

Dem Fachmann liegt die Verwendung des feinteiligen synthetischen Magnesiumhydroxids nahe, da es sehr rein ist und die Flammfestigkeit besser als bei großen Teilchen ist. Überraschenderweise stellt sich heraus, dass sich Compounds aus gemahlenem Magnesiumhydroxid mit größeren kugeligen Teilchen beim Kalandrier- und Extrusionsprozess besser verarbeiten lassen als Compounds aus gemahlenem Magnesiumhydroxid mit kleinen plättchenförmigen Teilchen. Feinteiliges plättchenförmiges Magnesiumhydroxid ergibt wesentlich höhere Schmelzviskositäten als größeres kugeliges Magnesiumhydroxid. Dem Problem kann mit Polymeren mit hohem Schmelzindex (MFI) begegnet werden, wodurch sich aber die mechanische Stabilität der Schmelze verschlechtert, was insbesondere für Blasextrusion und Kalandrierung wichtig ist. In der bevorzugten Ausführungsform lässt sich die Folie am Kalandrier leichter von den Walzen abziehen beziehungsweise der Schlauch bei Blasextrusion steht besser (keine Abrisse des Schmelzschlauches), wobei die Flammwidrigkeit aber etwas schlechter ist als bei synthetischem Magnesiumhydroxid, wie es der Fachmann bevorzugt. Dem kann man durch Erhöhung des Füllstoffgehaltes begegnen, was aber ein besonders weiches Polymer voraussetzt. Dies kann ein weiches Ethylenhomopolymer oder Ethylencopolymer sein, wobei die daraus gefertigte Folie zur Erhöhung der Wärmebeständigkeit vorzugsweise vernetzt wird. Die spezielle Problemlösung dieser Erfindung ist ein besonders weiches Polypropylencopolymer wie oben ausgeführt. Dieses spezielle Polymer ermöglicht in besonderem Maße den Gebrauch hoher Füllstoffmengen und noch höherer im Fall von gemahlenem Magnesiumhydroxid mit einem höheren  $d_{50}$ -Wert ohne dass die Wickelfolie für die Anwendung zu steif und unflexibel wird und bedarf keiner Vernetzung. Für Anwendungen unter dem Einfluss hoher Gebrauchstemperatur können die Schwer-

metallspuren von synthetischem Magnesiumhydroxid die Alterung ungünstig beeinflussen, was durch die Anwendung der unten genannten speziellen Alterungsschutzkombinationen verhindert wird.

- 5 Die Menge des/der Flammenschutzmittel wird so hoch gewählt, dass die Wickelfolie flammwidrig, das heißt, langsam brennend ist. Die Brandgeschwindigkeit nach FMVSS 302 bei waagerechter Probe liegt vorzugsweise unter 200 mm/min, besonders bevorzugt unter 100 mm/min, in einer herausragenden Ausführungsform der Wickelfolie ist diese unter diesen Prüfbedingungen selbstverlöschend. Der Oxygen-Index (LOI) liegt bevorzugt über 20, insbesondere über 23 und besonders bevorzugt über 27 %. Bei Verwen-
- 10 dung von Magnesiumhydroxid (natürlich und synthetisch) liegt der Anteil vorzugsweise bei 70 bis 200 phr und insbesondere bei 110 bis 180 phr.

Bei Verwendung von 90 und mehr phr an Füllstoff werden folgende Verfahren bevorzugt und beansprucht:

15

- Mischung von Polymer und Füllstoff in einem Knetter im Batchbetrieb oder kontinuierlich (zum Beispiel von Firma Banbury), bevorzugt wird ein Teil des Füllstoffs zugegeben, wenn ein anderer Teil schon mit dem Polymer homogenisiert wurde.
  - Mischung von Polymer und Füllstoff in einem Zweischnellenextruder, wobei mit einem Teil des Füllstoffs ein Vorcompound hergestellt wird, der in einem zweiten Compoundiergang mit dem Rest des Füllstoffs vermischt wird.
  - Mischung von Polymer und Füllstoff in einem Zweischnellenextruder, wobei der Füllstoff nicht an einer Stelle in den Extruder gegeben wird, sondern in mindestens zwei Zonen zum Beispiel durch Benutzung eines Sidefeeders.
- 20

25 Weitere bei Folien übliche Additive wie Füllstoffe, Pigmente, Alterungsschutzmittel, Nucleierungsmittel, Impactmodifizier oder Gleitmittel und andere können zur Herstellung der Wickelfolie verwendet werden. Diese Additive werden zum Beispiel im „Kunststoff Taschenbuch“ Hanser Verlag, Hrsg. H. Saechtling, 28. Ausgabe oder „Plastic Additives Handbook“, Hanser-Verlag, Hrsg. H. Zweifel, 5. Auflage beschrieben. In den folgenden Ausführungen wird zur Vermeidung von schwer verständlichen chemischen Namen die jeweilige CAS-Reg.Nr. verwendet.

30

Die vorliegende Erfindung hat hauptsächlich eine hohe Alterungsstabilität und daneben die Abwesenheit von Halogenen und flüchtigen Weichmachern zum Ziel. Wie ausgeführt

35

steigen die thermischen Anforderungen, so dass zusätzlich eine erhöhte Beständigkeit gegenüber konventionellen PVC-Wickelfolien oder den in Erprobung befindlichen PVC-freien Folienwickelbändern erreicht werden soll. Die hohe Alterungsstabilität wird durch den Einsatz einer hinreichend dosierten und geschickt ausgewählten Alterungsschutzmittelkombinationen (Antioxidantien und ggf. Metalldesaktivatoren) einschließend erreicht. Daher wird die vorliegende Erfindung diesbezüglich im Folgenden ausführlich beschrieben.

Die erfindungsgemäße Wickelfolie weist eine Wärmestabilität von mindestens 105 °C nach 3000 Stunden auf, das heißt, dass nach dieser Lagerung noch eine Bruchdehnung von mindestens 100 % vorhanden ist. Sie sollte des weiteren eine Bruchdehnung von mindestens 100 % nach 20 Tagen Lagerung bei 136 °C (Schnelltest) beziehungsweise eine Hitzebeständigkeit von 170 °C (30 min.) aufweisen. In einer hervorragenden Ausgestaltung mit den beschriebenen Antioxidantien und optional auch mit einem Metalldesaktivator werden 125 °C nach 2000 Stunden oder sogar 125 °C nach 3000 Stunden erreicht. Klassische PVC-Wickelfolien auf DOP-Basis weisen eine Wärmestabilität von 85 °C (Passagierraum) auf, Hochleistungsprodukte auf der Basis von Polymerweichmacher erreichen 105 °C (Motorraum).

Darüber hinaus muss die Wickelfolie mit einer Kabelummantelung auf Polyolefinbasis verträglich sein, das heißt nach Lagerung des Verbundes Kabel/Wickelfolie darf weder eine Versprödung der Wickelfolie noch der Kabelisolierung auftreten. Durch die Auswahl eines oder mehrerer passender Antioxidantien können eine Verträglichkeit bei 105 °C vorzugsweise bei 125 °C (2000 Stunden, insbesondere 3000 Stunden) und eine Kurzzeitwärmebeständigkeit von 140 °C (168 Stunden) erreicht werden.

Eine weitere Voraussetzung für eine ausreichende Kurzzeitwärmebeständigkeit und Hitzebeständigkeit ist ein hinreichender Schmelzpunkt des Polyolefins (mindestens 120 °C) sowie eine hinreichende mechanische Stabilität der Schmelze etwas oberhalb des Kristallitschmelzpunktes. Letztere wird durch einen Schmelzindex von höchstens 20 g/10 min bei einem Füllstoffgehalt von mindestens 80 phr oder von höchstens 5 g/10 min bei einem Füllstoffgehalt von mindestens 40 phr gewährleistet. Entscheidend ist jedoch die Alterungsstabilisierung zur Erreichung der oxidativen Beständigkeit ab 140 °C, was insbesondere durch sekundäre Antioxidantien wie Phosphite erreicht wird.

Eine Verträglichkeit zwischen Wickelfolie und den übrigen Kabelbaumkomponenten wie Steckern und Rillrohren ist ebenfalls wünschenswert und ebenfalls durch Anpassung der Rezepturen, insbesondere bezüglich der Additive, zu erreichen. Als Negativbeispiel sei die Kombination einer ungeeigneten Polypropylenwickelfolie mit einem kupferstabilisiertem Polyamidrillrohr aufgeführt, in diesem Fall sind sowohl das Rillrohr als auch die Wickelfolie nach 3000 Stunden 105 °C versprödet.

Die Herstellung der Wickelfolie erfolgt auf einem Kalandrier- oder Extrusionsverfahren wie zum Beispiel im Blas- oder Castprozess. Diese Verfahren sind zum Beispiel in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 6. Aufl., Wiley-VCH 2002 beschrieben. Der Compound aus den Hauptkomponenten oder allen Komponenten kann in einem Compounder wie Knetzer (zum Beispiel Stempelknetzer) oder Extruder (zum Beispiel Zweischnellenextruder, Planetwalzenextruder) hergestellt und dann in eine feste Form (zum Beispiel Granulat) überführt werden, welche dann in einer Folienextrusionsanlage oder in einem Extruder, Knetzer oder Walzwerk einer Kalandrieranlage aufgeschmolzen und weiterverarbeitet werden. Hohe Mengen an Füllstoff ergeben leichte Inhomogenitäten (Fehlstellen), welche die Durchschlagspannung stark reduzieren. Der Mischvorgang muss daher so gründlich vorgenommen werden, dass die aus dem Compound gefertigten Folie eine Durchschlagspannung von mindestens 3 kV/100 µm vorzugsweise mindestens 5 kV/100 µm erreicht. Bevorzugt ist die Herstellung von Compound und Folie in einem Arbeitsgang. Die Schmelze wird aus dem Compounder direkt einer Extrusionsanlage oder einem Kalandrierer zugeführt, wobei die Schmelze gegebenenfalls Hilfseinrichtungen wie Filter, Metalldetektoren oder Walzwerke passieren kann. Die Folie wird beim Herstellprozess so gering wie möglich orientiert, um gute Handeinreißbarkeit, niedrigen Kraftwert bei 1 %-Dehnung und niedrigen Schrumpf zu erzielen. Aus diesem Grund wird der Kalandrierprozess besonders bevorzugt.

Der Schrumpf der Wickelfolie in Längsrichtung beträgt nach Wärmelagerung (30 Minuten in einem Ofen bei 125 °C auf einer Talkumschicht liegend) weniger als 5 %, vorzugsweise weniger als 3 %.

Die mechanischen Eigenschaften der erfindungsgemäßen Wickelfolie liegen bevorzugt in den folgenden Bereichen:

- Reißdehnung in md (Maschinenrichtung) von 300 bis 1000, besonders bevorzugt von 500 bis 800 %,
- Reißkraft in md im Bereich von 4 bis 15, besonders bevorzugt von 5 bis 8 N/cm, wobei die Folie zur Ermittlung der Daten mit scharfen Klingen zugeschnitten wurden.

5

Die Wickelfolie wird in der bevorzugten Ausführungsform ein- oder beidseitig, bevorzugt einseitig, mit einer Siegel- oder Haftklebebeschichtung versehen, um eine notwendige Fixierung des Wickelendes durch ein Klebeband, Draht oder Verknotung zu vermeiden.

- 10 Die Menge der Klebstoffschicht beträgt jeweils 10 bis 40 g/m<sup>2</sup> vorzugsweise 18 bis 28 g/m<sup>2</sup> (das ist die Menge nach einer eventuellen notwendigen Entfernung von Wasser oder Lösungsmittel; die Zahlenwerte entsprechen auch in etwa der Dicke in µm). In einem Fall mit Klebstoffbeschichtung beziehen sich die hier gemachten Angaben zur Dicke und zu dickenabhängigen mechanischen Eigenschaften ausschließlich auf die
- 15 bevorzugte polypropylenhaltige Schicht der Wickelfolie ohne Berücksichtigung von Klebstoffschicht oder weiteren Schichten, die in Zusammenhang mit Klebstoffschichten vorteilhaft sind. Die Beschichtung muss nicht vollflächig sein, sondern kann auch teilflächig ausgeführt sein. Als Beispiel sei eine Wickelfolie mit je einem haftklebenden Streifen an den Seitenkanten genannt. Diese kann zu etwa rechteckigen Blättern abgeschnitten werden, welche mit dem einem Klebstoffstreifen auf dem Kabelbündel aufgeklebt und dann
- 20 so weit gewickelt werden, bis der andere Klebstoffstreifen auf der Wickelfoliendrückseite verklebt werden kann. Eine solche schlauchartige Umhüllung, ähnlich einer Sleeve-Verpackung, weist den Vorteil auf, dass die Biegsamkeit des Kabelbaumes durch die Umwicklung praktisch nicht verschlechtert wird.

25

- Als Klebstoff kommen alle gängigen Typen in Frage, vor allem auf Basis von Kautschuk. Solche Kautschuke können zum Beispiel Homo- oder Copolymere des Isobutylens, des 1-Butens, des Vinylacetats, des Ethylens, von Acrylsäureestern, des Butadiens oder des Isoprens sein. Besonders geeignet sind Rezepturen auf Basis von Polymeren basierend
- 30 auf Acrylsäureestern, Vinylacetat oder Isopren.

- Zur Optimierung der Eigenschaften kann die zum Einsatz kommende Selbstklebmasse mit einem oder mehreren Additiven wie Klebrigmachern (Harzen), Weichmachern, Füllstoffen, Flammenschutzmitteln, Pigmenten, UV-Absorbern, Lichtschutz-, Alterungsschutz-
- 35 mitteln, Photoinitiatoren, Vernetzungsmitteln oder Vernetzungspromotoren abgemischt

- sein. Klebrigmacher sind beispielsweise Kohlenwasserstoffharze (zum Beispiel Polymere auf Basis ungesättigter C<sub>5</sub>- oder C<sub>8</sub>-Monomere), Terpenphenolharze, Polyterpenharze aus Rohstoffen wie zum Beispiel  $\alpha$ - oder  $\beta$ -Pinen, aromatische Harze wie Cumaron-Inden-Harze oder Harze auf Basis Styrol oder  $\alpha$ -Methylstyrol, wie Kolophonium und seine
- 5 Folgeprodukte, zum Beispiel disproportionierte, dimerisierte oder veresterte Harze, zum Beispiel wozu Umsetzungsprodukte mit Glycol, Glycerin oder Pentaerythrit, um nur einige zu nennen, sowie weitere Harze (wie beispielsweise aufgeführt in Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, Band 12, Seiten 525 bis 555 (4. Auflage), Weinheim). Bevor-
- 10 zugt werden Harze ohne leicht oxidierbare Doppelbindungen wie Terpenphenolharze, aromatische Harze und besonders bevorzugt Harze, die durch Hydrierung hergestellt sind wie zum Beispiel hydrierte Aromatenharze, hydrierte Polycyclopentadienharze, hydrierte Kolophoniumderivate oder hydrierte Terpenharze.
- 15 Geeignete Füllstoffe und Pigmente sind beispielsweise Titandioxid, Calciumcarbonat, Zinkcarbonat, Zinkoxid, Silicate oder Kieselsäure. Geeignete beimischbare Weichmacher sind beispielsweise aliphatische, cycloaliphatische und aromatische Mineralöle, Di- oder Poly-Ester der Phthalsäure, Trimellitsäure oder Adipinsäure, flüssige Kautschuke (zum
- 20 Beispiel niedermolekulare Nitril- oder Polyisoprenkautschuke), flüssige Polymerisate aus Buten und/oder Isobuten, Acrylsäureester, Polyvinylether, Flüssig- und Weichharze auf Basis der Rohstoffe von Klebharzen, Wollwachs und andere Wachse oder flüssige Silikone. Vernetzungsmittel sind beispielsweise Isocyanate, Phenolharze oder halogenierte Phenolharze, Melamin- und Formaldehydharze. Geeignete Vernetzungspromotoren sind
- 25 zum Beispiel Maleinimide, Allylester wie Triallylcyanurat, multifunktionelle Ester der Acryl- und Methacrylsäure. Alterungsschutzmittel sind beispielsweise sterisch gehinderte Phenole, die zum Beispiel unter dem Handelsnamen Irganox™ bekannt sind.
- Eine Vernetzung ist vorteilhaft, da die Scherfestigkeit (zum Beispiel ausgedrückt als Holding Power) erhöht wird und sich damit die Neigung zu Deformationen der Rollen bei
- 30 Lagerung (Teleskopieren oder Bildung von Hohlstellen, auch Gaps genannt) verringert. Auch das Ausquetschen der Haftklebermasse wird verringert. Dies drückt sich in kleb- freien Seitenkanten der Rollen und klebfreien Kanten bei der spiralig um Kabel geführten Wickelfolie aus. Die Holding Power liegt vorzugsweise oberhalb von 150 min.
- 35 Die Klebkraft auf Stahl sollte im Bereich von 1,5 bis 3 N/cm liegen.

Zusammenfassend weist die bevorzugte Ausführungsform einseitig eine lösungsmittel-  
freie Selbstklebmasse auf, welche durch Coextrusion, Schmelz- oder Dispersions-  
beschichtung zustande gekommen ist. Dispersionsklebstoffe sind bevorzugt, insbeson-  
5 dere solche auf Polyacrylat-Basis.

Vorteilhaft ist die Verwendung einer Primerschicht zwischen Wickelfolie und Klebmasse  
zur Verbesserung der Haftung der Klebmasse auf der Wickelfolie und somit der Vermei-  
10 dung von Übertragung von Klebstoff auf die Folienrückseite während des Abwickelns der  
Rollen.

Als Primer sind die bekannten Dispersion- und Lösungsmittelsysteme verwendbar zum  
Beispiel auf Basis von isopren- oder butadienhaltigen Kautschuk und/oder Cyclokaut-  
15 schuk. Isocyanate oder Epoxyharze als Additive verbessern die Haftung und erhöhen  
zum Teil auch die Scherfestigkeit des Haftklebstoffes. Physikalische Oberflächen-  
behandlungen wie Beflammung, Corona oder Plasma oder Coextrusionsschichten sind  
ebenfalls geeignet, die Haftung zu verbessern. Besonders bevorzugt ist die Anwendung  
solcher Verfahren auf lösungsmittelfreie Klebstoffschichten, insbesondere solche auf  
20 Acrylatbasis.

Eine Beschichtung der Rückseite kann durch bekannte Releasemittel (gegebenenfalls mit  
anderen Polymeren abgemischt) erfolgen. Beispiele sind Stearyl-Verbindungen (zum  
25 Beispiel Polyvinylstearylcarbamate, Stearylverbindungen von Übergangsmetallen wie Cr  
oder Zr, Harnstoffe aus Polyethylenimin und Stearylisocyanat, Polysiloxane (zum Beispiel  
als Copolymer mit Polyurethanen oder als Propfcopolymer auf Polyolefin), thermoplasti-  
sche Fluorpolymere. Der Begriff Stearyl steht als Synonym für alle geraden oder ver-  
zweigten Alkyle oder Alkenyle mit einer C-Zahl von mindestens 10, wie zum Beispiel  
30 Octadecyl.

Beschreibungen der üblichen Klebmassen sowie Rückseitenbeschichtungen und Primern  
finden sich zum Beispiel in „Handbook of Pressure Sensitive Adhesive Technology“, D.  
Satas, (3. Auflage). Die genannten Rückseiten-Primer- und Klebebeschichtungen sind in  
35 einer Ausführungsform durch Coextrusion möglich.



Die Ausführung der Folienrückseite kann aber auch zur Erhöhung der Haftung der Klebmasse auf der Wickelfolienrückseite (zum Beispiel zur Steuerung der Abrollkraft) dienen. Bei polaren Klebstoffen wie zum Beispiel auf Basis von Acrylatpolymeren ist die Rückseitenhaftung auf einer Folie auf Basis von Polypropylenpolymeren oft nicht ausreichend.

5 Zur Erhöhung der Abrollkraft wird eine Ausführungsform beansprucht, bei der polare Rückseitenoberflächen durch Coronabehandlung, Flammvorbehandlung oder Beschichtung/Coextrusion mit polaren Rohstoffen erzielt werden. Alternativ wird eine Wickelfolie beansprucht, bei welchem die Stangenware vor dem Schneiden getempert (in der

10 Wärme gelagert) wurde. Beide Verfahren können auch in Kombination angewandt werden. Die erfindungsgemäße Wickelfolie weist bevorzugt eine Abrollkraft von 1,2 bis 6,0 N/cm, ganz besonders bevorzugt von 1,6 bis 4,0 N/cm und insbesondere 1,8 bis 2,5 N/cm bei 300 mm/min Abrollgeschwindigkeit auf. Das Tempern ist bei PVC-Wickelbändern bekannt, jedoch aus einem anderen Grund. Weich-PVC-Folien besitzen im Gegen-

15 satz zu teilkristallinen Polypropylenpolymerfolien einen breiten Erweichungsbereich und, da die Klebmasse durch den ausgewanderten Weichmacher wenig scherfest ist, neigen PVC-Wickelbänder zum Teleskopieren. Diese unvorteilhafte Rollendeformation, bei welcher der Kern aus den Rollen seitlich herausgedrückt wird, kann verhindert werden, wenn das Material vor dem Schneiden längere Zeit gelagert wird oder kurze Zeit

20 einer Temperung (befristete Lagerung in der Wärme) unterworfen wird. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren handelt es sich jedoch um einer Temperung zur Erhöhung der Abrollkraft von Material mit unpolarer Polypropylenrückseite und polarem Klebmasse, wie Polyacrylat oder EVA, da diese Klebmasse auf Polypropylen im Vergleich zu PVC eine extrem geringe Rückseitenhaftung aufweisen. Eine Erhöhung der Abrollkraft durch Tem-

25 perung oder physikalische Oberflächenbehandlung ist bei Weich-PVC-Wickelbändern nicht notwendig, da die üblicherweise eingesetzten Klebmassen eine hinreichend hohe Haftung auf der polaren PVC-Oberfläche besitzen. Bei Polyolefinwickelfolien ist die Bedeutung der Rückseitenhaftung besonders ausgeprägt, da aufgrund der höheren Kraft bei 1 %-Dehnung (bedingt durch das Flammenschutzmittel und das Fehlen konventioneller

30 Weichmacher) im Vergleich zu PVC-Folie eine deutlich höhere Rückseitenhaftung beziehungsweise Abrollkraft notwendig ist, um eine hinreichende Dehnung beim Abrollen für die Applikation bereitzustellen. Die bevorzugte Ausführungsform der Wickelfolie wird daher durch Temperung oder physikalische Oberflächenbehandlung hergestellt, um eine herausragende Abrollkraft und Dehnung während der Abrollung zu erreichen, wobei die

Abrollkraft bei 300 mm/min vorzugsweise um mindestens 50 % höher liegt als ohne eine solche Maßnahme.

5 Die Wickelfolie wird für den Fall einer Klebstoffbeschichtung vorzugsweise vorher mindestens 3 Tage, besonders bevorzugt mindestens 7 Tage vor der Beschichtung gelagert, um eine Nachkristallisation zu erreichen, damit die Rollen keine Neigung zum Teleskopieren erhalten (wahrscheinlich weil die Folie beim Kristallisieren schrumpft). Vorzugsweise wird die Folie an der Beschichtungsanlage über geheizte Walzen zur Egalisierung (Verbesserung der Planlage) geführt, was für PVC-Wickelfolien nicht üblich ist.

10 Folien aus Polyethylen und Polypropylen lassen sich üblicherweise nicht von Hand ein- oder Abreißen. Sie lassen sich als teilkristalline Werkstoffe leicht verstrecken und weisen daher eine hohe Bruchdehnung auf, in der Regel liegt diese erheblich über 500 %.

15 Beim Versuch, solche Folien zu reißen, tritt anstelle eines Risses eine Dehnung ein. Selbst hohe Kräfte können nicht unbedingt die typisch hohen Bruchkräfte überwinden. Selbst wenn dies gelingt, wird kein gut aussehender und verklebbarer Abriss erzeugt, da an beiden Enden ein dünnes schmales Schwänzchen entsteht. Dieses Problem lässt sich auch durch Additive nicht beheben, auch wenn Füllstoffe in hohen Mengen die Bruchdehnung reduzieren. Verstreckt man Polyolefinfolien biaxial, wird die Bruchdehnung um

20 mehr als 50 % reduziert, was die Reißbarkeit begünstigt. Der Versuch, dieses Verfahren auf weiche Wickelfolien zu übertragen, scheiterte jedoch, da der 1 %-Kraftwert erheblich zunimmt und die Kraft-Dehnungs-Kurve erheblich steiler wird. Dies hat zur Folge, dass sich die Flexibilität und Ansmiegsamkeit der Wickelfolie drastisch verschlechtert. Außerdem stellt sich heraus, dass so hoch füllstoffhaltige Folien wegen einer hohen Zahl

25 von Abrissen produktionstechnisch kaum verstretchbar sind.

Überraschenderweise wurde eine Lösung durch das Schneidverfahren beim Konfektionieren der Rollen gefunden. Bei Herstellung der Wickelfolienrollen werden raue Schnittkanten erzeugt, die bei mikroskopischer Betrachtung Risse in der Folie ausbilden, die

30 dann offenbar ein Weiterreißen begünstigen. Dies ist insbesondere durch die Anwendung eines Quetschschnitts mit stumpfen oder definiert gezackten rotierenden Messern auf Ballenware (Jumbos, Rollen in großer Länge) oder durch einen Abstecherschnitt mit feststehenden Klingen oder rotierenden Messern von Stangenware (Rollen in Produktionsbreite und verkaufsüblicher Länge) möglich. Die Bruchdehnung kann durch einen geeigneten Schliff der Klingen und Messer eingestellt werden. Bevorzugt ist die Ausführung

35

der Herstellung von Stangenware mit Abstechschnitt mit stumpfen feststehenden Klingen. Durch starkes Abkühlen der Stangen vor dem Schneiden kann die Rissbildung beim Schneidprozess noch verbessert werden. In der bevorzugten Ausführungsform ist die Bruchdehnung der speziell geschnittenen Wickelfolie um mindestens 30 % niedriger als  
5 beim Schnitt mit scharfen Klingen. Bei den besonders bevorzugten, mit scharfen Klingen geschnittenen Folien liegt die Bruchdehnung bei 500 bis 800 %, in der Ausführungsform der Folie, deren Seitenkanten beim Schneiden definiert beschädigt werden, zwischen 200 und 500 %.

10

Die Stangenware kann zur Erhöhung der Abrollkraft vorher einer Wärmelagerung unterzogen werden. Das Schneiden von konventionellen Wickelbändern mit Gewebe-, Vlies- und Folienträger (zum Beispiel PVC) erfolgt durch Scherenschnitt (zwischen zwei rotierenden Messern), Abstechschnitt (feststehende oder rotierender Messer werden in eine  
15 rotierende Stange des Produktes gedrückt), Klingenschnitt (die Bahn wird bei Durchlauf durch scharfe Klingen geteilt) oder Quetschschnitt (zwischen einem rotierenden Messer und einer Walze).

Das Schneiden hat zum Ziel, aus Jumbos oder Stangen verkaufsfertige Rollen zu produzieren, aber nicht raue Schnittkanten zur leichteren Handeinreißbarkeit zu erzeugen. Bei  
20 Wickelfolien aus PVC ist der Abstechschnitt durchaus üblich, da das Verfahren bei weichen Folien wirtschaftlich ist. Die Handeinreißbarkeit ist aber bei PVC schon vom Material her gegeben, da PVC im Gegensatz zu Polypropylen amorph ist und daher beim Reißen nicht verstreckt, sondern nur etwas gedehnt wird. Damit die PVC-Folien nicht zu leicht reißen, muss auf hinreichende Gelierung bei der Folienherstellung geachtet werden  
25 was einer optimalen Produktionsgeschwindigkeit entgegensteht, vielfach wird deshalb anstelle von Standard-PVC mit einem K-Wert von 63 bis 65 Material mit einem höheren Molekulargewicht eingesetzt, was K-Werten von 70 und mehr entspricht. Der Abstechschnitt hat also bei den erfindungsgemäßen Wickelfolien aus Polypropylen einen anderen Grund als bei solchen aus PVC.

30

Die erfindungsgemäße Wickelfolie ist ausgezeichnet zum Umwickeln von langgestrecktem Gut wie Lüftungsrohren, Feldspulen oder Kabelsätzen in Fahrzeugen geeignet. Die erfindungsgemäße Wickelfolie ist ebenfalls für andere Anwendungen geeignet wie zum  
35 Beispiel für Lüftungsrohre im Klimabau, da die hohe Flexibilität eine gute Anschmieg-

5 samkeit an Nieten, Sicken und Falzen sichert. Den heutigen arbeitshygienischen und ökologischen Anforderungen wird Rechnung getragen, indem auf den Einsatz halogenhaltiger Rohstoffen verzichtet wird, dies gilt auch für flüchtige Weichmacher, es sei denn die Mengen sind so gering, dass der Fogging-Wert über 90 % liegt. Die Halogenfreiheit ist für die thermische Verwertung von Abfällen, die solche Wickelbänder enthalten, von außerordentlicher Bedeutung (zum Beispiel Müllverbrennung der Kunststofffraktion vom Fahrzeugrecycling). Das erfindungsgemäße Produkt ist halogenfrei in dem Sinne, dass der Halogenhalt der Rohstoffe so niedrig ist, dass er für die Flammwidrigkeit keine Rolle spielt. Halogene in Spurenmengen, wie sie durch Verunreinigungen, Prozessadditive (Fluorelastomer) oder als Rückstände von Katalysatoren (zum Beispiel aus der Polymerisation von Polymeren) auftreten könnten, bleiben unberücksichtigt. Der Verzicht auf Halogene zieht die Eigenschaft der leichten Brennbarkeit nach sich, was den Sicherheitserfordernissen in elektrischen Anwendungen wie Haushaltsgeräten oder Fahrzeugen nicht entspricht. Das Problem mangelnder Flexibilität bei der Verwendung üblicher PVC-Ersatzmaterialien wie Polypropylen, Polyethylen, Polyestern, Polystyrol, Polyamid oder Polyimid für die Wickelfolie wird in der zugrundeliegenden Erfindung nicht durch flüchtige Weichmacher gelöst, sondern durch den Einsatz eines Polyolefins mit niedrigem Biegemodul wie zum Beispiel eines weichen PP-Copolymers. Daher ist es besonders überraschend, dass selbst die Verwendung von Füllstoffen mit flammwidriger Wirkung, welche bekanntermaßen die Flexibilität drastisch bis hin zur völligen Versprödung verschlechtern, möglich ist. Die Flexibilität ist von herausragender Bedeutung, da bei Anwendung auf Drähten und Kabeln nicht nur spiralig gewickelt, sondern an Verzweigungsstellen, Steckern oder Befestigungsclipsen auch faltenfrei kurvenflexibel gewickelt werden muss. Darüber hinaus ist erwünscht, dass die Wickelfolie den Kabelstrang elastisch zusammenzieht. Dieses Verhalten ist auch zur Abdichtung der Lüftungsrohre notwendig. Diese mechanischen Eigenschaften können nur von einem weichen flexiblen Wickelband erreicht werden. Die Aufgabe, die nötige Flexibilität trotz größerer Mengen an Flammenschutzmitteln zu erreichen, ist mit der erfindungsgemäßen Wickelfolie gelöst, obwohl die Aufgabe bei einem Wickelband aus Polyolefin ungleich schwerer als bei PVC zu lösen ist, da bei PVC keine oder nur geringe Flammenschutzmittel notwendig sind und die Flexibilität leicht durch konventionelle Weichmacher zu erreichen sind.

### Prüfmethoden

Die Messungen werden bei einem Prüfklima von  $23 \pm 1$  °C und  $50 \pm 5$  % rel. Luftfeuchte durchgeführt.

5

Der pH-Wert von Ruß wird wie branchenüblich nach DIN EN ISO 787-9 bestimmt.

Die Dichte der Polymeren wird nach ISO 1183 und der Biegemodul nach ISO 178 ermittelt und in g/cm<sup>3</sup> beziehungsweise MPa ausgedrückt. (Der Biegemodul nach ASTM D790  
10 beruht auf anderen Abmessungen der Probekörper, ist aber im Ergebnis als Zahl vergleichbar.) Der Schmelzindex wird nach ISO 1133 geprüft und in g/10 min ausgedrückt. Die Prüfbedingungen sind wie marktüblich 230 °C und 2,16 kg für Polymere mit kristallinem Polypropylen und 190 °C und 2,16 kg für Polymere mit kristallinem Polyethylen. Der Kristallitschmelzpunkt ( $T_{cr}$ ) wird mit DSC nach MTM 15902 (Basell-Methode) beziehungsweise ISO 3146 ermittelt.  
15

Die durchschnittliche Teilchengröße des Füllstoffs wird durch Laserlichtstreuung nach Cilas ermittelt, maßgeblich ist der Medianwert  $d_{50}$ .

20 Die spezifische Oberfläche (BET) des Füllstoffs wird nach DIN 66131/66132 bestimmt.

Das Zugdehnungsverhalten der Wickelfolie wird an Prüflingen vom Typ 2 (rechteckige 150 mm lange und nach Möglichkeit 15 mm breite Prüfstreifen) nach DIN EN ISO 527-3/2/300 mit einer Prüfgeschwindigkeit von 300 mm/min, einer Einspannlänge 100 mm  
25 und einer Vorkraft von 0,3 N/cm ermittelt. Im Fall von Mustern mit rauen Schnittkanten sind die Kanten mit einer scharfen Klinge vor dem Zugversuch zu besäumen. Für die Bestimmung der Kraft oder Spannung bei 1 %-Dehnung wird hiervon abweichend mit einer Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/min und einer Vorkrafteinstellung von 0,5 N/cm an einer Zugprüfmaschine Modell Z 010 (Hersteller Zwick) gemessen. Die Prüfmaschine ist  
30 angegeben, weil der 1 %-Wert etwas von dem Auswertungsprogramm beeinflusst werden kann. Das Zugdehnungsverhalten wird, wenn nicht anders angegeben, in Maschinenrichtung (MD, Laufrichtung) geprüft. Die Kraft wird in N/Streifenbreite und die Spannung in N/Streifenquerschnitt ausgedrückt, die Bruchdehnung in %. Die Prüfergebnisse, insbesondere die Bruchdehnung (Reißdehnung), sind durch eine hinreichende Zahl von  
35 Messungen statistisch abzusichern.

Die Klebkräfte werden bei einem Abzugswinkel von 180° nach AFERA 4001 an (nach Möglichkeit) 15 mm breiten Teststreifen bestimmt. Hierbei werden Stahlplatten nach AFERA-Norm als Prüfuntergrund verwendet soweit kein anderer Haftgrund genannt ist.

5

Die Dicke der Wickelfolie wird nach DIN 53370 bestimmt. Eine eventuelle Haftklebstoffschicht wird von der gemessenen Gesamtdicke abgezogen.

10 Die Holding Power wird nach der PSTC 107 (10/2001) bestimmt, wobei das Gewicht 20 N beträgt und die Maße der Verklebungsfläche 20 mm in der Höhe und 13 mm in der Breite beträgt.

Die Abrollkraft wird bei 300 mm/min nach DIN EN 1944 gemessen.

15 Die Handeinreißbarkeit lässt sich nicht in Zahlen ausdrücken, auch wenn Bruchkraft, Bruchdehnung und Schlagzugzähigkeit (alles längs gemessen) von wesentlichem Einfluss sind.

Bewertung:

- 20 - +++ = sehr leicht,  
- ++ = gut,  
- + = noch verarbeitbar,  
- = schwer verarbeitbar,  
- -- = nur mit hohem Kraftaufwand abreißbar, die Enden sind unsauber,  
25 - --- = nicht verarbeitbar

Das Brandverhalten wird nach MVSS 302 bei waagerechter Probe gemessen. Im Fall einer einseitigen Haftkleberbeschichtung liegt diese nach oben. Als weitere Methode wird  
30 eine Prüfung des Oxygen-Index (LOI) vorgenommen. Hierfür wird unter den Bedingungen der JIS K 7201 geprüft.

Die Wärmestabilität wird in Anlehnung an ISO/DIN 6722 bestimmt. Der Ofen wird nach ASTM D 2436-1985 mit 175 Luftwechseln pro Stunde betrieben. Die Prüfzeit beträgt  
35 3000 Stunden. Als Prüftemperaturen werden 85 °C (Klasse A), 105 °C (ähnlich Klasse B

aber nicht 100 °C) und 125 °C (Klasse C) gewählt. Die Schnellalterungen erfolgen bei 136 °C, die Prüfung gilt als bestanden, wenn die Reißdehnung nach 20 Tagen Alterung noch mindestens 100 % beträgt.

- 5 Bei der Verträglichkeitsprüfung wird die Wärmelagerung auf handelsüblich Leitern (Kabeln) mit Polyolefinisolierung (Polypropylen oder strahlenvernetztes Polyethylen) für Kraftfahrzeuge durchgeführt. Hierfür werden Probekörper aus 5 Leitern von 3 bis 6 mm<sup>2</sup> Querschnitt und 350 mm Länge mit Wickelfolie durch Umwicklung mit 50 %er Überlap-
- 10 (Bedingungen wie bei der Prüfung der Wärmestabilität) werden die Proben bei 23 °C konditioniert und nach ISO/DIN 6722 von Hand um einen Dorn gewickelt, der Wickeldorn einen Durchmesser von 5 mm, das Gewicht hat eine Masse von 5 kg und die Wickelgeschwindigkeit beträgt 1 Umdrehung pro Sekunde. Die Muster werden anschließend
- 15 visuell auf Fehler in der Wickelfolie und in der Drahtisolierung unter der Wickelfolie untersucht. Der Test ist nicht bestanden, wenn Risse in der Drahtisolierung erkennbar sind, insbesondere wenn dies schon vor dem Biegen auf dem Wickeldorn erkennbar ist. Wenn die Wickelfolie Risse aufweist oder im Ofen geschmolzen ist, gilt der Test ebenfalls als nicht bestanden. Bei der 125 °C-Prüfung wurden teilweise auch Muster zu anderen Zeit-
- 20 punkten geprüft. Als Prüfzeit gelten 3000 Stunden soweit nicht im Einzelfall ausdrücklich anders beschrieben.

- Die Kurzzeitwärmebeständigkeit wird an Kabelbündeln aus 19 Drähten der Type TW mit 0,5 mm<sup>2</sup> Querschnitt, welche in ISO 6722 beschrieben sind, gemessen. Hierzu wird die Wickelfolie mit 50 % Überlappung auf das Kabelbündel gewickelt, das Kabelbündel um
- 25 einen Dorn von 80 mm Durchmesser gebogen und in einem Umluftofen bei 140 °C gelagert. Nach 168 Stunden wird das Muster dem Ofen genommen und auf Beschädigungen (Risse) überprüft.

- Für die Ermittlung der Hitzebeständigkeit wird die Wickelfolie 30 min. bei 170 °C gelagert,
- 30 30 min auf Raumtemperatur abgekühlt und mit mindestens 3 Windungen mit 50 %-iger Überlappung um einen Dorn von 10 mm Durchmesser gewickelt. Danach wird das Muster auf Beschädigungen (Risse) überprüft.

- Beim Kältetest wird der oben beschriebene Probekörper in Anlehnung an ISO/DIS 6722 4
- 35 Stunden auf -40 °C abgekühlt und die Probe von Hand auf einen Dorn von 5 mm

Durchmesser gewickelt. Die Muster werden visuell auf Fehler (Risse) im Klebeband geprüft.

- 5 Die Durchschlagspannung wird nach ASTM D 1000 gemessen. Als Zahl wird der höchste Wert genommen, dem das Muster bei dieser Spannung eine Minute standhält. Diese Zahl wird auf eine Probendicke von 100  $\mu\text{m}$  umgerechnet.

Beispiel:

- 10 Eine Probe von 200  $\mu\text{m}$  Dicke hält nach einer Minute eine maximale Spannung von 6 kV stand, die berechnete Durchschlagspannung beträgt 3 kV/100  $\mu\text{m}$ .

Der Fogging-Wert wird nach DIN 75201 A ermittelt.

15

Folgende Beispiele sollen die Erfindung erläutern, ohne deren Umfang zu beschränken.

Inhalt:

- 20
- Tabellarische Zusammenstellung der für die Versuche verwendeten Rohstoffe
  - Beschreibung der Beispiele
  - Tabellarische Zusammenstellung der Ergebnisse der Beispiele
  - Beschreibung der Vergleichsbeispiele
  - Tabellarische Zusammenstellung der Ergebnisse der Vergleichsbeispiele



Tabellarische Zusammenstellung der für die Versuche verwendeten Rohstoffe  
(die Messbedingungen und Einheiten werden zum Teil weggelassen, siehe Prüfmetho-  
den)

Rohstoff	Hersteller	Beschreibung	Technische Daten
Polymer A		EP modifiziertes PP- Random-Copolymer aus Reaktorkaskade, Gas- phasenverfahren	Biegemodul = 80 MPa, MFI = 0,6, Tcr = 142 °C, Dichte = 0,88, Bruchspannung 23 MPa, Yieldspannung 6 MPa
Polymer B		EP modifiziertes PP- Random-Copolymer aus Reaktorkaskade, Gas- phasenverfahren	Biegemodul = 80 MPa, MFI = 8, Tcr = 142 °C, Dichte = 0,88, Bruchspannung 16 MPa, Yieldspannung 6 MPa
Polymer C		EP modifiziertes PP- Random-Copolymer aus Reaktorkaskade, Gas- phasenverfahren	Biegemodul = 30 MPa, MFI = 0,6, Tcr = 141 °C, Dichte = 0,87, Bruchspannung 10 MPa
Cataloy KS-353 P	SKD Sunrise	EP modifiziertes PP- Homopolymer, Pfropfung im Cataloyverfahren	Biegemodul = 83 MPa, MFI = 0,45, Tcr = 154 °C, Dichte = 0,88, Bruchspannung 10 MPa, Yieldspannung 6,2 MPa
Cataloy KS-021 P	SKD Sunrise	EP modifiziertes PP- Homopolymer, Pfropfung im Cataloyverfahren	Biegemodul = 228 MPa, MFI = 0,9, Tcr = 154 °C, Dichte = 0,89, Bruchspannung 12 MPa, Yieldspannung 6,9 MPa
Affinity PL 1840	Dow Chem.	VLDPE	Dichte = 0,909, MFI = 1

Exact 8201	Exxon	LLDPE (Metallocen)	Biegemodul = 26 MPa, MFI = 1,1, Tcr = 67 °C, Dichte = 0,88 Bruchspannung 20 MPa,
Adflex KS 359 P	Basell	Ethylenmodifiziertes Polypropylen-homopoly- mer	Biegemodul = 83 MPa, MFI = 12, Tcr = 154 °C, Dichte = 0,88, Bruchspannung 10 MPa, Yieldspannung 5,0 MPa
ESI DE 200	Dow	Ethylen-Styrol-Interpoly- mer	
Evaflex A 702	DuPont	EEA	EA = 19 %, MFI = 5
Evaflex P 1905	DuPont	EVA	VAc = 19 %, MFI = 5
Evatane 2805	Elf Atochem	EVA	VAc = 28 %, MFI = 5
Evatane 1005 VN4	Elf Atochem	EVA	VAc = 14 %, MFI = 0,7
Escorene UL 00119	Exxon	EVA	VAc = 19 %, MFI = 1
Escorene UL 02133	Exxon	EVA	VAc = 33 %, MFI = 21
Vinnapas B 100	Wacker	PVAc	VAc = 100 %
Magnifin H 5	Martinswerk	Gefälltes Magnesium- hydroxid	d <sub>50</sub> = 1,35 µm, plättchenförmig, BET = 4 m <sup>2</sup> /g, > 99,8 % Magnesium- hydroxid, < 0,1 % Calciumcarbonat
Magnifin H 5 GV	Martinswerk	Gefälltes Magnesium- hydroxid	d <sub>50</sub> = 1,35 µm, plättchenförmig, BET = 4 m <sup>2</sup> /g, > 99,8 % Magnesium- hydroxid, < 0,1 % Calciumcarbonat, Polymercoating
Kisuma 5 A	Kisuma	Gefälltes Magnesium- hydroxid	d <sub>50</sub> = 1,0 µm, plättchenförmig

Brucit 15 $\mu$	Lehmann&Voss	Gemahlendes Magnesiumhydroxid,	d <sub>50</sub> = 4 $\mu$ m, d <sub>97</sub> = 18 $\mu$ m unregelmäßig kugelig, Gehalt an Calciumcarbonat 2,4 %, 0,5 % Stearinsäure
Securoc B 10	Incemin	Gemahlendes Magnesiumhydroxid	d <sub>50</sub> = 4 $\mu$ m, d <sub>97</sub> = 18 $\mu$ m (gesiebt), BET = 8 m <sup>2</sup> /g, unregelmäßig kugelig, 0,3 % Fettsäure
Magshizu N-3 (Magseeds N-3)	Konoshima Chemical	Gefälltes Magnesiumhydroxid	d <sub>50</sub> = 1,1 $\mu$ m, plättchenförmig, BET = 3 m <sup>2</sup> /g, 2,5 % Fettsäurecoating
Martinal 99200-08 (Martinal OL 104 G)	Martinswerk	Aluminiumhydroxid	d <sub>50</sub> = 1,8 $\mu$ m, hexagonal plättchenförmig, BET = 4 m <sup>2</sup> /g, Polymercoating
Exolit AP 750	Clariant	Ammoniumpolyphosphat	
SH 3	Dow Chemical	Calciumcarbonat-Masterbatch	
DE 83 R	Great Lakes	Decabromdiphenyloxid	
Antimonoxid TMS	Great Lakes	Diantimontrioxid	
Flammruß 101	Degussa	Flammruß	pH = 7,5
Carbon Black FEF	Shama Chemical	Furnaceruß	pH = 10
Seast 3 H	Tokai Carbon	Furnaceruß	pH = 9,5
Acetylene Black Uncompressed AB-UC	Senka Carbon	Acetylenruß	pH = 7
Farbruss FW 200	Degussa	Oxidierter Gasruß	pH = 2,5
Printex 25	Degussa	Furnaceruß	pH = 10,5
Thermax Ultrapure N 991	Cancarb	Thermalruß	pH = 6,2
Raven 22	Columbian Chemical	Flammruß	pH = 7,8

Petrothene PM 92049	Equistar	Rußmasterbatch Furnaceruß	aus pH = 9, 40 % Furnaceruß in Polyethylen
Novaexcel F-5	Rinkagaku/ Phosphorous Chemical	Roter Phosphor	
AMEO T	Hüls AG	Aminosilan	Vernetzer
Irganox 1010	Ciba-Geigy	Primäres Antioxidant	Sterisch gehindertes Phenol
Irganox PS 800	Ciba-Geigy	Sekundäres Antioxidant	Thiopropionsäureester
Irganox PS 802	Ciba-Geigy	Sekundäres Antioxidant	Thiopropionsäureester
Sumilizer TPM	Sumitomo	Sekundäres Antioxidant	Thiopropionsäureester
Sumilizer TPL-R	Sumitomo	Sekundäres Antioxidant	Thiopropionsäureester
Sumilizer TP-D	Sumitomo	Sekundäres Antioxidant	Thiopropionsäureester
Irgafos 168	Ciba-Geigy	Sekundäres Antioxidant	Phosphit
Irganox MD 1024	Ciba-Geigy	Metalldesaktivator	Schwermetallfänger
Primal PS 83D	Rohm & Haas	Acrylathaftklebmasse	Dispersionshaftkleber
Rikidyne BDF 505	Vig te Qnos	Acrylathaftklebmasse	Lösungshaftkleber
JB 720	Johnson	Acrylathaftklebmasse	Dispersionshaftkleber
Airflex EAF 60	Air Products	EVA-Haftklebmasse	Dispersionshaftkleber
Desmodur Z 4470 MPA/X	Bayer	Isocyanat	Vernetzer

**Beispiel 1**

Zur Herstellung des Trägerfilmes werden zunächst in einem gleichläufigen Doppelschneckenextruder 100 phr Polymer A, 10 phr Vinnapas B 10, 150 phr Magnifin H 5 GV,  
5 15 phr Flammruß 101, 0,8 phr Irganox 1010, 0,8 phr Irganox PS 802 und 0,3 phr Irgafos 168 compoundingiert. Das Magnifin wird zu je 1/3 in den Zonen 1, 3, und 5 zugegeben.

Die Compoundschmelze wird von der Düse des Extruders zu einem Walzwerk, von dort durch einen Strainer geführt und danach über ein Förderband in den Spalt eines Kalenders vom Typ „inverted L“ gespeist. Mit Hilfe der Kalenderwalzen wird ein Film mit glatter  
10 Oberfläche in einer Breite von 1500 mm und einer Dicke von 0,08 mm (80 µm) ausgeformt und auf Thermofixierwalzen nachkristallisiert. Der Film wird eine Woche gelagert, auf der Beschichtungsanlage mit Walzen bei 60 °C zur Verbesserung der Planlage egalisiert und nach einer Coronabehandlung mit einem wässrigen Acrylathafkleber Primal PS  
15 83 D mittels eines Rakels mit einem Auftragsgewicht von 24 g/m<sup>2</sup> aufgetragen. Die Trocknung der Kleberschicht erfolgt im Trockenkanal bei 70 °C, die fertige Wickelfolie wird zu Stangen mit 33 m Lauflänge auf 1-Zoll-Kern (25 mm) gewickelt. Das Schneiden erfolgt durch Abstechen der Stangen mittels feststehender Klinge mit nicht sehr spitzem Winkel (straight knife) in 29 mm breite Rollen. Wie auch bei den nachfolgenden Beispielen im Abstechnschnitt wird ein Automat aus den in der Beschreibung der Erfindung aufgeführten Gründen eingesetzt.  
20

Diese selbstklebende Wickelfolie zeigt trotz des hohen Füllstoffanteiles eine gute Flexibilität. Des weiteren werden auch ohne Zugabe eines sauerstoffhaltigen Polymers sehr  
25 gute Brandeigenschaften erreicht. Die Alterungsbeständigkeit und die Verträglichkeit mit PP- und PA-Kabeln und Polyamidrillrohr sind herausragend.

**Beispiel 2**

30

Die Herstellung erfolgt analog Beispiel 1 mit folgenden Änderungen:

Der Compound besteht aus 100 phr Polymer A, 120 phr Brucit 15µ, 15 phr Acetylene Black Uncompressed AB-UC, 0,8 phr Irganox 1010, 0,1 phr Irganox PS 802, 0,1 phr Sumilizer TPM, 0,1 phr Sumilizer TPL-R, 0,1 phr Sumilizer TP-D, 0,3 phr Irgafos 168 und  
35 1 phr Irganox MD 1024. Das Brucit wird zu je ½ in den Zonen 1 und 5 zugeben.

Die daraus hergestellte Trägerfolie wird einer einseitigen Flammvorbehandlung unterzogen und nach 10 Tagen Lagerung mit Acronal DS 3458 mittels eines Walzenauftragswerks bei 50 m/min beschichtet. Die Temperaturbelastung des Trägers wird durch eine  
5 gekühlte Gegendruckwalze reduziert. Der Masseauftrag beträgt ca. 35 g/m<sup>2</sup>. Eine geeignete Vernetzung wird in-line vor der Aufwicklung durch Bestrahlung mit einer UV-Anlage erreicht, die mit 6 Mitteldruck-Hg-Lampen à 120 W/cm ausgestattet ist. Die bestrahlte Bahn wird zu Stangen mit 33 m Lauflänge auf 1 1/4-Zoll-Kern (31 mm) gewickelt. Die Stangen werden zur Erhöhung der Abrollkraft 5 Stunden in einem Ofen bei 60 °C getempert.  
10 Das Schneiden erfolgt durch Abstechen der Stangen mittels feststehender Klinge (straight knife) in 25 mm breite Rollen.

Nach 3 Monaten Lagerung bei 23 °C ist aus der Folie kein Alterungsschutzmittel ausgeschwitzt. Folie aus dem Beispiel 1 weist im Vergleich einen leichten Belag auf, der nach  
15 analytischer Prüfung aus Irganox PS 802 besteht.

Diese Wickelfolie zeichnet eine noch höhere Flexibilität als die aus Beispiel 1 aus. Die Brandgeschwindigkeit ist für die Anwendung mehr als ausreichend. Die Folie weist eine leicht matte Oberfläche auf. Bei der Applikation sind zwei Finger im Kern unterzubringen,  
20 was die Anwendung gegenüber Beispiel 1 erleichtert.

### Beispiel 3

25 Die Herstellung erfolgt analog Beispiel 1 mit folgenden Änderungen:  
Der Compound besteht aus 80 phr Polymer A, 20 phr Evaflex A 702, 120 phr Securoc B 10, 0,2 phr Calciumcarbonat, 8 phr Thermax Ultrapure N 991, 0,8 phr Irganox 1010, 0,8 phr Irganox PS 802 und 0,3 phr Irgafos 168.

30 Die Folie wird vor der Wickelstation des Kalanders coronabehandelt und auf diese Seite der Klebmasse Rikidyne BDF 505 (unter Zugabe von 1 Gew.-% Desmodur Z 4470 MPA/X auf 100 Gewichtsteile Klebmasse auf Trockengehalt berechnet) mit 23 g/m<sup>2</sup> aufgetragen. Der Kleber wird in einem Wärmekanal getrocknet und dabei chemisch vernetzt, am Ende des Trockners zu Jumbos gewickelt, nach 1 Woche auf nicht beschichteten  
35 Seite leicht coronabehandelt und dabei zu Stangen mit 25 m Lauflänge umgewickelt.

Diese werden in einem Ofen 1 Stunde bei 100 °C gelagert. Das Schneiden erfolgt durch Abstechen der Stangen mittels rotierender leicht stumpfer Messer (round blade) in Rollen von 15 mm Breite.

- 5 Diese Wickelfolie weist ausgeglichene Eigenschaften aus zeigt eine leicht matte Oberfläche. Die Holding Power liegt über 2000 min (dann Messung abgebrochen). Die Bruchdehnung liegt 36 % niedriger als bei Proben mit Klingenschnitt. Die Abrollkraft liegt 25 % höher als bei Proben ohne Temperung.

10

#### Beispiel 4

Die Herstellung erfolgt analog Beispiel 1 mit folgenden Änderungen:

- Der Compound besteht aus 100 phr Polymer A, 120 phr Magnifin H 5 GV, 10 phr Flamm-  
15 ruß 101, 2 phr Irganox 1010, 1,0 phr Irganox PS 802, 0,4 phr Irgafos 168.

- Die Folie wird nach einer Woche Zwischenlagerung einseitig flammvorbehandelt und mit 30 g/m<sup>2</sup> (Trockenauftrag) Airflex EAF 60 beschichtet. Die Bahn wird mit einer IR-Lampe vorgetrocknet und in einem Kanal bei 100 °C endgetrocknet. Anschließend wird das  
20 Band zu Jumbos (Großrollen) gewickelt. In einem weiteren Arbeitsgang werden die Jumbos abgewickelt und die unbeschichtete Wickelfolieseite in einer Schneidmaschine einer schwachen Coronabehandlung zur Steigerung der Abrollkraft unterzogen und durch stumpfen Quetschschnitt (crush cutting, Trümmerschnitt) zu 33 m langen Rollen in 19 mm Breite auf 1 ½-Zoll-Kern (37 mm Innendurchmesser) verarbeitet. Die Bruchdehnung  
25 liegt 48 % niedriger als bei Proben mit Klingenschnitt. Die Abrollkraft liegt 60 % höher als bei Proben ohne Coronabehandlung. Bei der Applikation sind zwei Finger im Kern unterzubringen, was die Wicklung gegenüber Beispiel 1 erleichtert.

30

#### Beispiel 5

Der Compound wird einem Stiftextruder (Buss) ohne Ruß mit Unterwassergranulierung hergestellt. Nach dem Trocknen wird der Compound in einem Betonmischer mit dem Rußmasterbatch gemischt.

Die Trägerfolie wird auf einer Blasfolienextrusionsanlage mit nachfolgender Rezeptur hergestellt: 100 phr Polymer B, 100 phr Brucit 15 $\mu$ , 20 phr eines Masterbatches aus 50 % Raven 22 und 50 % Polyethylen, 0,8 phr Irganox 1076, 0,8 phr Irganox PS 800, 0,2 phr Ultrinox 626, 0,6 phr Naugard XL-1.

5

Der Folienschlauch wird geschlitzt und mit einem Dreieck zu einer flachen Bahn geöffnet und über eine Thermofixierstation geführt, einseitig coronabehandelt und eine Woche zur Nachkristallisation gelagert. Die Folie wird an der Beschichtungsanlage über 5 Vorwärmwalzen zu Egalisierung (Verbesserung der Planlage) geführt, ansonsten erfolgt die

10 Beschichtung mit Haftkleber analog Beispiel 1, die Stangen werden 5 Stunden bei 65 °C getempert und analog Beispiel 1 geschnitten.

Ohne Thermofixierung weist die Folie einen deutlichen Schrumpf (in der Breite 5 %, längs nicht gemessen) während des Trocknungsvorgangs auf. Die Planlage der frisch hergestellten Folie ist gut, sie wird gleich nach der Extrusion beschichtet, leider sind die Rollen

15 nach drei Wochen Lagerung beim 23 °C schon deutlich teleskopiert. Dieses Problem ist auch durch Temperung der Stangen (10 Stunden bei 70 °C) nicht zu beseitigen.

20 Danach wird die Folie vor der Beschichtung eine Woche gelagert, die Rollen sind nur noch zu einem Teil telekopiert, allerdings ist die Planlage beim Beschichten so schlecht und der Klebstoffauftrag so ungleichmäßig, dass in der Anlage Vorwärmwalzen eingebaut worden sind.

25 Die Folien zeichnet sich durch eine gute Hitzebeständigkeit, das heißt ohne Schmelzen und Versprödung bei einer zusätzlichen Lagerung von 30 min bei 170 °C aus.

### Beispiel 6

30

Die Herstellung erfolgt analog Beispiel 1 mit folgenden Änderungen:

Die Folie enthält 80 phr Polymer C, 20 phr Escorene UL 00119, 130 phr Kisuma 5 A, 20 phr Flammruß 101, 0,8 phr Irganox 1010, 0,8 phr Irganox PS 802, 0,3 phr Irgafos 168.



- Dieser Trägerfilm wird auf der einen Seite coronabehandelt und eine Woche gelagert. Die vorbehandelte Seite wird mit einer Haftvermittlerschicht aus Naturkautschuk, Cyclokautschuk und 4,4'-Diisocyanato-diphenylmethan (Lösungsmittel Toluol) von  $0,6 \text{ g/m}^2$  beschichtet und getrocknet. Die Klebmassenbeschichtung wird direkt auf die Haftvermittlerschicht mittels Kommarakel mit einem Auftragsgewicht von  $18 \text{ g/m}^2$  (bezogen auf Trockensubstanz) aufgetragen. Die Klebmasse besteht aus einer Lösung einer Naturkautschukklebmasse in n-Hexan mit einem Feststoffgehalt von 30 Gewichtsprozent. Diese besteht aus 50 Teilen Naturkautschuk, 10 Teilen Zinkoxid, 3 Teilen Kolophoniumharz, 6 Teilen Alkylphenolharz, 17 Teilen Terpenphenolharz, 12 Teilen Poly- $\beta$ -Pinenharz, 1 Teil Antioxidant Irganox 1076 und 2 Teilen mineralischem Öl. Die Trocknung des Nachstriches erfolgt im Trockenkanal bei  $100^\circ\text{C}$ . Die Folie wird unmittelbar dahinter in einem Verbundschneidautomaten mit einem Messerbalken mit scharfen Klingen in 19 mm Abstand zu Rollen auf Standardklebebandkernen (3 Zoll) geschnitten.
- 15 Diese Wickelfolie zeichnet sich trotz hohen Füllstoffanteils durch eine sehr hohe Flexibilität aus, die sich in einem geringen Kraftwert bei 1 %-Dehnung widerspiegelt. Diese Wickelfolie hat mechanische Eigenschaften ähnlich denen von Weich-PVC-Wickelbändern, wobei sie bezüglich Flammfestigkeit und die Wärmebeständigkeit sogar überlegen ist. Die Holding Power liegt bei 1500 min und die Abrollkraft bei 30 m/min (nicht 300 mm/min) beträgt  $5,0 \text{ N/cm}$ . Der Fogging-Wert liegt bei 62 % (vermutlich bedingt durch das Mineralöl des Klebstoffs). Die Rolle lässt sich aufgrund des großen Rollendurchmessers nur schräg zwischen Wickelbrett und Kabelbaum durchziehen, wodurch Falten in der Wicklung entstehen.

**Eigenschaften der Beispiele**

	<i>Beispiel 1</i>	<i>Beispiel 2</i>	<i>Beispiel 3</i>	<i>Beispiel 4</i>	<i>Beispiel 5</i>	<i>Beispiel 6</i>
Foliendicke [mm]	0,08	0,095	0,100	0,085	0,065	0,11
Klebkraft Stahl [N/cm]	2,9	3,0	2,4	1,9	2,8	3,0
Klebkraft auf eigener Rückseite [N/cm]	1,9	2,3	1,9	1,6	1,8	1,8
Abrollkraft [N/cm]	2,1	2,4	2,0	1,8	2,6	2,7
Reißkraft* [N/cm]	9,8	7,2	11,1	6,8	4,1	9,0
Reißdehnung* [%]	720	970	840	830	600	1044
Kraft bei 1 % Dehnung [N/cm]	2,2	2,8	2,3	2,0	1,5	1,7
Kraft bei 100 % Dehnung [N/cm]	5,5	8,7	10,2	5,1	3,4	5,3
Reißdehnung* nach 20d@ 136°C [%]	360	550	440	620	330	530
Reißdehnung* nach 3000h@105°C >100%	ja	ja	ja	ja	ja	ja
Wärmebeständigkeit 168h@140 °C	ja	ja	ja	ja	ja	ja
Hitzebeständigkeit 30 min@170 °C	ja	ja	ja	ja	ja	ja
Kompatibilität mit PE- und PP-Kabeln 3000h@105°C	keine Versprödung	keine Versprödung	keine Versprödung	keine Versprödung	keine Versprödung	keine Versprödung
Kompatibilität mit PE- und PP-Kabeln 2000h@125°C	keine Versprödung	Keine Versprödung	keine Versprödung	keine Versprödung	Wickelfolie spröde	keine Versprödung
Handeinreißbarkeit	++	++	+	++	+++	—
LOI [%]	23,1	20,4	22,0	20,1	20,1	24,8
Brennrate FMVSS 302 [mm/min]	39	172	57	160	180	selbstverlöschend
Durchschlagsspannung [kV/100µm]	5	5	6	5	7	6
Fogging-Wert	96	94	93	99	92	62
Halogenfreiheit	ja	ja	ja	ja	ja	ja
Phosphorgehalt >0,5 phr	ja	ja	ja	ja	ja	ja

\* an mit Klingen geschnittenen Mustern

**Vergleichsbeispiel 1**

Die Folie aus Vergleichsbeispiel 1 wird hergestellt wie in Beispiel 1 angegeben, jedoch mit Printex 25 anstelle von Flammruß 101.

5

**Vergleichsbeispiel 2**

Die Folie aus Vergleichsbeispiel 2 wird hergestellt wie in Beispiel 1 angegeben, jedoch mit Farbruß FW 200 anstelle von Flammruß 101.

10

**Vergleichsbeispiel 3**

15 Zur Beschichtung wird eine konventionelle Folie für Isolierband von Singapore Plastic Products Pte. unter der Bezeichnung F2104S eingesetzt. Die Folie enthält nach Herstellerangaben ca. 100 phr (parts per hundred resin) Suspensions-PVC mit dem K-Wert 63 bis 65, 43 phr DOP (Di-2-ethylhexylphthalat), 5 phr dreibasisches Bleisulfat (TLB, Stabilisator), 25 phr gemahlene Kreide (Bukit Batu Murah Malaysia mit Fettsäure-Coating), 1  
20 phr Furnaceruß und 0,3 phr Stearinsäure (Gleitmittel). Die Nenndicke beträgt 100 µm und die Oberfläche ist glatt aber matt.

Auf der einen Seite wird der Primer Y01 von Four Pillars Enterprise/Taiwan aufgetragen (analytisch acrylatmodifizierter SBR-Kautschuk in Toluol) und darauf 23 g/m<sup>2</sup> des Klebstoffs IV9 von Four Pillars Enterprise/Taiwan (analytisch feststellbare Hauptkomponente: SBR und Naturkautschuk, Terpenharz und Alkylphenolharz in Toluol). Die Folie wird  
25 unmittelbar nach dem Trockner mit einem Messerbalken mit scharfen Klingen in 25 mm Abstand in einem Verbundschneidautomaten zu Rollen geschnitten.

30 Die Reißdehnung nach 3000 h bei 105 °C ist nicht messbar, da das Muster durch Weichmacherverdampfung in kleine Stücke zerfallen ist. Nach 3000 h bei 85 °C beträgt die Reißdehnung 150 %

### Vergleichsbeispiel 4

Das Beispiel 4 der EP 1 097 976 A1 wird nachgearbeitet.

- 5 Folgende Rohstoffe werden in einem Knetter compoundiert: 80 phr Cataloy KS-021 P, 20 phr Evaflex P 1905, 100 phr Magshizu N-3, 8 phr Norvaexcel F-5, 2 phr Seast 3H und granuliert, wobei die Mischzeit jedoch 2 min beträgt.

- 10 In einem Vorversuch stellt sich heraus, dass bei 4 min Mischzeit der Schmelzindex des Compounds um 30 % zunimmt (was an dem Fehlen eines Phosphitstabilisators liegen kann oder an dem stärkeren mechanisch Abbau aufgrund des extrem niedrigen Schmelzindex des Polypropylenpolymers). Obwohl der Füllstoff vorgetrocknet worden ist und sich über dem Knetcompunder eine Abluftvorrichtung befindet, entsteht an der Anlage beim Kneten ein penetranter Phosphingeruch.

15

Die Trägerfolie wird anschließend mittels Extrusion wie in Beispiel 7 beschrieben (wobei alle drei Extruder mit dem selben Compound befüttert werden) über eine Schlitzdüse und Kühlwalze in einer Dicke von 0,20 mm hergestellt, wobei die Extruderdrehzahl reduziert wird, bis die Folie eine Geschwindigkeit von 2 m/min erreicht.

- 20 Bei einem Vorversuch kann die Geschwindigkeit von 30 m/min wie in Beispiel 7 nicht erreicht worden, da sich die Anlage wegen überhöhten Druckes abschaltet (zu hohe Viskosität).

- 25 In einem weiteren Vorversuch wird die Folie mit 10 m/min gefertigt, die mechanischen Daten in Längs- und Querrichtung wiesen auf eine starke Längsorientierung, was sich beim Beschichten durch einen Schrumpf von 20 % in Laufrichtung bestätigt.

Daher wird der Versuch mit noch geringer Geschwindigkeit wiederholt, was zu einer technisch einwandfreien (einschließlich Stippenfreiheit), aber wirtschaftlich nicht tragbaren Folie führte.

- 30 Die Beschichtung erfolgt analog Beispiel 3 jedoch mit einem Klebstoffauftrag von 30 g/m<sup>2</sup> (dieser Kleber hat eine ähnliche Zusammensetzung wie die der Originalkleber des nachgearbeiteten Beispiels). Die Folie wird unmittelbar nach dem Trockner mit einem Messerbalken mit scharfen Klingen zu 25 mm breiten Streifen zerteilt und im Verbund zu Rollen gewickelt.

35

Das selbstklebende Wickelband zeichnet sich durch fehlende Flexibilität aus. Gegenüber Beispiel 5 beziehungsweise 6 liegt die Steifigkeit des Vergleichsbeispiels 2 um 4030 % beziehungsweise 19000 % höher.

Die Steifigkeit lässt sich bekanntermaßen aus der Dicke und der Kraft bei 1 %-Dehnung (proportional dem E-Modul) leicht berechnen. Das Muster weist aufgrund des Gehaltes an rotem Phosphor und der relativ hohen Dicke ein sehr gutes Brandverhalten aus (Hinweis: Der LOI-Wert wurde an der 0,2 mm dicken Probe mit Klebstoff gemessen, der LOI von 30 % in der zitierten Patenschrift stammt jedoch von einem 3 mm starkem Prüfling ohne Klebstoff).

10

### Vergleichsbeispiel 5

Das Beispiel A der WO 97/05206 A1 wird nachgearbeitet.

15

Die Herstellung des Compounds wird nicht beschrieben. Die Komponenten werden daher auf einem Doppelschneckenlaborextruder von 50 cm Länge und einem L/D-Verhältnis von 1:10 gemischt: 9,59 phr Evatane 2805, 8,3 phr Attane SL 4100, 82,28 phr Evatane 1005 VN4, 74,3 phr Martinal 99200-08, 1,27 phr Irganox 1010, 0,71 phr AMEO T, 3,75 phr Masterbatch schwarz (hergestellt aus 60 Gew.-% Polyethylen mit MFI = 50 und 40 Gew. % Furnace Seast 3 H), 0,6 phr Stearinsäure, 0,60 phr Luwax AL 3.

20

Der Compound wird granuliert, getrocknet und auf einer Laboranlage zu einer Schlauchfolie verblasen und beidseitig geschlitzt. Es wird versucht, die Folie nach Coronavorbehandlung mit Klebstoff analog Beispiel 1 zu beschichten, sie weist jedoch zu starken Schrumpf in Quer- und Längsrichtung auf, die Rollen sind nach 4 Wochen wegen zu hoher Abrollkraft kaum noch abwickelbar.

25

Daher folgt ein Versuch der Beschichtung mit einem unpolaren Kautschukleber wie in Beispiel 6, welcher aber an der Lösungsmittlempfindlichkeit der Folie scheitert. Da die angegebene Schrift eine Klebstoffbeschichtung nicht beschreibt, wohl aber anzustrebende klebtechnische Eigenschaften, wird die Folie im Scherenschnitt zwischen einem Satz aus Paaren von je zwei rotierenden Messern zu 25 mm breiten Streifen zerschnitten und gewickelt.

30

Das selbstklebende Wickelband zeichnet sich durch eine gute Flexibilität und Flammwidrigkeit aus. Die Handeinreißbarkeit ist jedoch nicht ausreichend. Besonders nachteilig ist jedoch die geringe Wärmeformbeständigkeit, die zum Schmelzen des Klebebandes bei der Durchführung der Alterungsteste führt. Des weiteren führt das Wickelband zu einer erheblichen Verkürzung der Lebensdauer der Kabelisolierung durch Versprödung. Die hohe Schrumpfneigung ist durch den zu niedrigen Schmelzindex des Compounds bedingt. Auch bei höherem Schmelzindex der Rohstoffe sind Probleme zu erwarten, obwohl dadurch der Schrumpf deutlich geringer wird, denn eine Thermofixierung ist trotz des geringen Erweichungspunktes der Folie in der genannten Schrift nicht vorgesehen. Da das Produkt keine signifikante Abrollkraft aufweist, ist es kaum auf Drahtbündeln applizierbar. Der Fogging-Wert liegt bei 73 % (vermutlich bedingt durch das Paraffinwachs).

#### Vergleichsbeispiel 6

15

Das Beispiel 1 der WO 00/71634 A1 wird nachgearbeitet.

Folgende Mischung wird in einem Knetter hergestellt: 80,8 phr ESI DE 200, 19,2 phr Adflex KS 359 P, 30,4 phr Calciumcarbonat-Masterbatch SH3, 4,9 phr Petrothen PM 92049, 8,8 phr Antimonoxid TMS und 17,6 phr DE 83-R.

20

Der Compound wird auf einer Cast-Laboranlage zu Flachfolie verarbeitet, Corona vorbehandelt, 20 g/m<sup>2</sup> JB 720 beschichtet, auf Stangen mit 3-Zoll-Kern gewickelt und durch Abstechen mit feststehender Klinge (Vorschub von Hand) geschnitten.

25 Dieses Wickelband zeichnet sich durch PVC-ähnliches mechanisches Verhalten aus, dass heißt hohe Flexibilität und gute Handeinreißbarkeit. Nachteilig ist der Einsatz von bromhaltigen Flammenschutzmitteln. Des weiteren ist die Wärmeformbeständigkeit bei Temperaturen oberhalb von 95 °C gering, so dass die Folie bei den Alterungs- und Verträglichkeitstesten schmilzt.

30

**Eigenschaften der Vergleichsbeispiele**

	Ver- gleichs- beispiel 1	Ver- gleichs- beispiel 2	Ver- gleichs- beispiel 3	Ver- gleichs- beispiel 4	Ver- gleichs- beispiel 5	Ver- gleichs- beispiel 6
Folienstärke [mm]	0,08	0,08	0,08	0,20	0,15	0,125
Klebkraft Stahl [N/cm]	2,7	2,8	1,8	3,3	2,0	2,3
Klebkraft auf eigener Rückseite [N/cm]	1,9	1,8	1,6	1,5	1,8	1,2
Abrollkraft [N/cm]	2,2	2,0	2,0	1,8	1,9	1,5
Reißkraft* [N/cm]	9,6	8,5	15	10,9	22,3	22,5
Reißdehnung* [%]	740	610	150	370	92	550
Kraft bei 1 % Dehnung [N/cm]	2,1	2,3	1,0	11,4	4,3	0,46
Kraft bei 100 % Dehnung [N/cm]	5,2	5,9	14,0	9,2	–	6,3
Reißdehnung* nach 20d@136°C [%]	versprödet	versprödet	versprödet	versprödet	geschmolzen	geschmolzen
Reißdehnung* nach 3000h@105°C >100%	ja	versprödet	versprödet	versprödet	ja	versprödet
Kompatibilität mit PE- und PP-Kabeln 3000h@105°C	ja	ja	nein	PE ja PP nein	Kabel versprödet	Tape brüchig
Wärmebeständigkeit 168h@140 °C	ja	nein	nein	ja	nein	nein
Hitzebeständigkeit 30 min@170 °C	keine Versprödung	keine Versprödung	nein	ja	nein	nein
Kompatibilität mit PE- und PP-Kabeln 2000h@125°C	nein	nein	nein	nein	Tape geschmolzen	Tape geschmolzen
Handeinreißbarkeit	++	++	+++	–	–	+
LOI [%]	23,0	23,6	21,4	27,1	19,3	32,6
Brennrate nach FMVSS 302 [mm/min]	42	44	324	selbstverlöschend	463	selbstverlöschend
Durchschlagspannung [kV/100µm]	5	4	4	2	3	4
Fogging-Wert	92	94	29	66	73	73
Halogenfrei	ja	ja	nein	ja	ja	nein
Phosphorgehalt <0,5 phr	ja	ja	ja	nein	ja	ja

\*an mit Klingen geschnittenen Mustern

### Patentansprüche

1. Rußgefüllte alterungsbeständige Wickelfolie aus Polyolefin, dadurch gekennzeichnet,  
dass die Wickelfolie einen Ruß mit einem pH-Wert von 6 bis 8 enthält.
- 5 2. Wickelfolie nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Wickelfolie Thermal-  
ruß, Acetylenruß oder vorzugsweise Flammruß enthält.
3. Wickelfolie nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Wickelfolie  
10 halogenfrei ist.
4. Wickelfolie nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekenn-  
zeichnet, dass die Wickelfolie flammgeschützt ist.
- 15 5. Wickelfolie nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekenn-  
zeichnet, dass die Wickelfolie  
ein- oder beidseitig, insbesondere einseitig, eine Kleberschicht, die vorzugsweise auf  
der Basis von Polyisopren, Ethylenvinylacetatcopolymer und/oder Polyacrylat ist, und  
gegebenenfalls eine Primerschicht zwischen Folie und Kleberschicht aufweist,  
20 wobei die Menge der Kleberschicht jeweils 10 bis 40 g/m<sup>2</sup>, vorzugsweise 18 bis 28  
g/m<sup>2</sup> beträgt,  
die Klebkraft auf Stahl 1,5 bis 3 N/cm,  
die Abrollkraft 1,2 bis 6,0 N/cm bei 300 mm/min Abrollgeschwindigkeit, bevorzugt 1,6  
bis 4,0 N/cm, besonders bevorzugt 1,8 bis 2,5 N/cm, und/oder  
25 die Holding Power mehr als 150 min beträgt.
6. Wickelfolie nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekenn-  
zeichnet, dass die Wickelfolie  
eine lösungsmittelfreie Haftklebmasse aufweist, welche durch Coextrusion,  
30 Schmelzbeschichtung oder Dispersionsbeschichtung erzeugt wird, bevorzugt einen  
Dispersionshaftkleber und insbesondere einen solchen auf Polyacrylat-Basis, wobei  
diese Klebmasse vermittle eine Flamm- oder Coronavorbehandlung oder einer  
Haftvermittlerschicht, welche durch Coextrusion oder Beschichtung aufgebracht wird,  
mit der Oberfläche der Trägerfolie verbunden ist.



7. Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Anteil an Ruß mindestens 5 phr vorzugsweise mindestens 10 phr beträgt.
- 5 8. Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Polyolefin Propylen als Monomer enthält.
9. Wickelfolie nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass in der Wickelfolie neben dem bevorzugten Polypropylenpolymer Ethylen-Propylen-Copolymere aus den Klassen der EPM und EPDM vorhanden sind.
- 10 10. Wickelfolie nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Ruß als Masterbatch nach dem Compoundieren von Polyolefin, Antioxidant und Flammenschutzfüllstoff zugegeben wird insbesondere an der Anlage zur Folienherstellung.
- 15 11. Wickelfolie nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Wickelfolie mindestens 4 phr eines primären Antioxidants oder mindestens 0,3 phr, vorzugsweise mindestens 1 phr einer Kombination von primären und sekundären Antioxidantien enthält, wobei die primäre und sekundäre Antioxidantfunktion auch in einem Molekül vereinigt sein können.
- 20 12. Wickelfolie nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Wickelfolie
- 25 eine Wärmestabilität von mindestens 105 °C, bevorzugt 125 °C nach 2000 und insbesondere nach 3000 Stunden aufweist,
- eine Bruchdehnung von mindestens 100 % nach 20 Tagen Lagerung bei 136 °C aufweist,
- eine Verträglichkeit bei Lagerung auf einem Kabel mit einer Polyolefinisolierung von
- 30 mindestens 105 °C nach 3000 Stunden aufweist,
- eine Verträglichkeit bei Lagerung auf einem Kabel mit einer Polyolefinisolierung von 125 °C nach 2000 Stunden vorzugsweise nach 3000 Stunden aufweist,
- 140 °C nach 168 Stunden erreicht und/oder
- eine Hitzebeständigkeit von 170 °C (30 min.) erreicht.
- 35

13. Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass sie mindestens ein Polypropylen  
mit einem Biegemodul von weniger als 900 MPa, bevorzugt von 500 oder weniger  
und besonders bevorzugt von 80 MPa oder weniger, und/oder  
5 einem Kristallitschmelzpunkt zwischen 120 °C und 166 °C, bevorzugt unter 148 °C,  
besonders vorzugsweise unter 145 °C, enthält.
14. Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche dadurch gekennzeichnet,  
10 dass der flammhemmende Füllstoff zu 70 bis 200 phr, vorzugsweise zu 110 bis  
150 phr, zugesetzt wird, insbesondere ein Magnesiumhydroxid.
15. Verwendung einer Wickelfolie nach zumindest einem der vorherigen Ansprüche zum  
Bündeln, Schützen, Kennzeichnen, Isolieren oder Abdichten von Lüftungsrohren oder  
Drähten oder Kabeln und zum Ummanteln von Kabelsätzen in Fahrzeugen oder  
15 Feldspulen für Bildröhren

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP2004/052211

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C09J7/02 C08K3/04 C08K3/00 C08L23/10 C08L23/08  
C08L23/14 C08L23/26

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C09J C08K C08L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 953 599 A (KYOWA CHEM IND CO LTD) 3 November 1999 (1999-11-03)	1-15
X	paragraphs '0006!', '0017!', '0026!', '0027!; claims 1-10	1-15
X	US 5 262 471 A (AKAO MUTSUO) 16 November 1993 (1993-11-16)	1-3,7-9, 11-13
X	column 1, lines 11-16,56; claims 1-14; example 7	1-3,7-9, 11-13
X	column 3, lines 35-59	1-3,7-9, 11-13
X	column 4, line 24 - column 5, line 8	1-3,7-9, 11-13
X	column 5, line 49 - column 6, line 36	4,14
X	column 6, line 14 - line 49	5,6,15
	----- -/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents:

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the International filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the International filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- \* & \* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the International search

24 November 2004

Date of mailing of the International search report

02/12/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Feldmann, G

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP2004/052211

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2001/003625 A1 (HUBBARD MICHAEL J ET AL) 14 June 2001 (2001-06-14)	1-13
X	paragraphs '0017!, '0018!, '0026!, '0029!; claims 1,2,4,5	1-13
X	EP 1 097 976 A (NITTO DENKO CORP) 9 May 2001 (2001-05-09)	1-15
X	paragraphs '0041!, '0042!, '0045!, '0052!, '0063!, '0064!; claims 1-14	1-15

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP2004/052211

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0953599	A	03-11-1999	JP 3495629 B2	09-02-2004
			JP 2000017123 A	18-01-2000
			AT 234895 T	15-04-2003
			AU 750274 B2	11-07-2002
			CA 2270054 A1	28-10-1999
			CN 1234413 A ,B	10-11-1999
			DE 69905966 D1	24-04-2003
			DE 69905966 T2	30-10-2003
			EP 0953599 A1	03-11-1999
			ES 2196722 T3	16-12-2003
			ID 22502 A	28-10-1999
			NO 991935 A	29-10-1999
			PT 953599 T	31-07-2003
			TW 466258 B	01-12-2001
			US 6107385 A	22-08-2000
			AU 2401999 A	04-11-1999
US 5262471	A	16-11-1993	JP 2140252 A	29-05-1990
			JP 8030133 B	27-03-1996
			DE 68924329 D1	26-10-1995
			DE 68924329 T2	29-02-1996
			EP 0370424 A2	30-05-1990
US 2001003625	A1	14-06-2001	NONE	
EP 1097976	A	09-05-2001	JP 3404368 B2	06-05-2003
			JP 2001192629 A	17-07-2001
			CN 1299853 A	20-06-2001
			EP 1097976 A2	09-05-2001
			JP 2003013022 A	15-01-2003
			US 6773806 B1	10-08-2004

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2004/052211

## A. KLASSTIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 C09J7/02 C08K3/04 C08K3/00 C08L23/10 C08L23/08  
C08L23/14 C08L23/26

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C09J C08K C08L

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 0 953 599 A (KYOWA CHEM IND CO LTD) 3. November 1999 (1999-11-03)	1-15
X	Absätze '0006!', '0017!', '0026!', '0027!; Ansprüche 1-10	1-15
X	US 5 262 471 A (AKAO MUTSUO) 16. November 1993 (1993-11-16)	1-3, 7-9, 11-13
X	Spalte 1, Zeilen 11-16, 56; Ansprüche 1-14; Beispiel 7	1-3, 7-9, 11-13
X	Spalte 3, Zeilen 35-59	1-3, 7-9, 11-13
X	Spalte 4, Zeile 24 - Spalte 5, Zeile 8	1-3, 7-9, 11-13
X	Spalte 5, Zeile 49 - Spalte 6, Zeile 36	4, 14
X	Spalte 6, Zeile 14 - Zeile 49	5, 6, 15
	----- -/--	

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

\*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

\*E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

\*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

\*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

\*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

\*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

\*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

\*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

\*Z\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

24. November 2004

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

02/12/2004

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax. (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Beauftragter

Feldmann, G

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2004/052211

## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 2001/003625 A1 (HUBBARD MICHAEL J ET AL) 14. Juni 2001 (2001-06-14)	1-13
X	Absätze '0017!, '0018!, '0026!, '0029!; Ansprüche 1,2,4,5	1-13
X	EP 1 097 976 A (NITTO DENKO CORP) 9. Mai 2001 (2001-05-09)	1-15
X	Absätze '0041!, '0042!, '0045!, '0052!, '0063!, '0064!; Ansprüche 1-14	1-15

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2004/052211

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0953599 A	03-11-1999	JP 3495629 B2	09-02-2004
		JP 2000017123 A	18-01-2000
		AT 234895 T	15-04-2003
		AU 750274 B2	11-07-2002
		CA 2270054 A1	28-10-1999
		CN 1234413 A , B	10-11-1999
		DE 69905966 D1	24-04-2003
		DE 69905966 T2	30-10-2003
		EP 0953599 A1	03-11-1999
		ES 2196722 T3	16-12-2003
		ID 22502 A	28-10-1999
		NO 991935 A	29-10-1999
		PT 953599 T	31-07-2003
		TW 466258 B	01-12-2001
		US 6107385 A	22-08-2000
		AU 2401999 A	04-11-1999
US 5262471 A	16-11-1993	JP 2140252 A	29-05-1990
		JP 8030133 B	27-03-1996
		DE 68924329 D1	26-10-1995
		DE 68924329 T2	29-02-1996
		EP 0370424 A2	30-05-1990
US 2001003625 A1	14-06-2001	KEINE	
EP 1097976 A	09-05-2001	JP 3404368 B2	06-05-2003
		JP 2001192629 A	17-07-2001
		CN 1299853 A	20-06-2001
		EP 1097976 A2	09-05-2001
		JP 2003013022 A	15-01-2003
		US 6773806 B1	10-08-2004